

N° d'ordre : 2326

Thèse

présentée

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE

École doctorale : TYFEP

Spécialité : ENERGETIQUE & GENIE DE PROCEDES

Par M. **MOHAMED FILALI**

Titre de la thèse **Conductivité thermique apparente des milieux granulaires
soumis à des contraintes mécaniques : modélisation et mesures**

Soutenue le 24 Février 2006 devant le jury composé de :

M.	NAJIB LARAQI	Président
M.	ALAIN DE RYCK	Directeur de thèse
	ABDERRAHMANE BAÏRI	Rapporteur
	PIERRE TCHEROLOFF	Rapporteur
	BRUNO LADEVIE	Membre
	OLIVIER FUDYM	Membre

A mes parents...

Remerciements

Le travail présenté dans ce mémoire à été effectué au Laboratoire métrologie thermique de l'école des mines d'Albi Carmaux.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude et ma reconnaissance à Alain De Ryck, mon directeur de thèse, à Bruno Ladevie, et à Olivier Fudym, mes encadrants, pour avoir encadré ce travail.

Mes vifs remerciements vont aussi à Monsieur Pierre Tchoreloff, professeur à l'université paris 11, ainsi qu'à monsieur Abderahmane Baïri, Professeur à l'université paris 10, pour avoir accepté d'être rapporteurs de ce travail.

Je remercie également, Monsieur Najib Laraqi, Professeur à l'université paris 10, qui ma fait l'honneur de présider ce jury de thèse.

Je tiens tout particulièrement à remercier Monsieur Denis Marty (notre big technicien), pour sa participation à ce travail.

Enfin je tiens à remercier mes collègues de bureau : David, Nouredine, Nadia, Jocelin, Idriss. Un grand merci aux personnes du laboratoire LGPSD de l'école de mines d'Albi, pour leur accueil chaleureux et leur soutien.

Nomenclature

Les notations ci-après définies sont communes à l'ensemble de ce travail. D'autres, à utiliser beaucoup plus locale, sont, au fur et à mesure, définies dans le texte.

Alphabet Latin

A : Paramètre (pente) de l'équation de Heckel	MPa ⁻¹
B : paramètre (origine) de l'équation de Heckel	
D : Diamètre du cylindre (Silo)	m
D _p : Diamètre des particules	m
E : Module de Young	MPa
F : Force	N
G : Module de cisaillement	MPa
Q : Flux thermique	W
R : Résistance thermique	k/w
P : Pression	P (MPa)
V : Volume	m ³
a : diffusivité thermique	m ² s ⁻¹
g : Accélération de la pesanteur	m s ⁻²
k : Coefficient de transmission des forces	
n : Nombre de contact par particule	
r _p : Rayon d'une particule	m

Symboles Grecs

ε : Porosité du lit granulaire	
α : Densité relative	
ν : Coefficient de poisson	
σ : Contrainte uniaxiale	MPa
τ : Contrainte tangentielle	MPa
ρ : Masse volumique	kg m ⁻³
λ _{app} : Conductivité thermique apparente du milieu granulaire	W/mK
λ _s : Conductivité thermique de la phase solide	W/mK
λ _f : Conductivité thermique du fluide à la pression atmosphérique	W/mK

ψ : Angle de contact

θ : Angle limite du transfert thermique dans le fluide

Table de matière

Nomenclature	4
Table de matière	6
Introduction générale	9
1. Chapitre 1 : Compression, les apports de la mécanique des milieux granulaires	12
1.1 Introduction	12
1.2 Généralités sur les milieux poreux	14
1.2.1 Définition des poudres/milieu granulaire	14
1.2.2 La porosité	15
1.2.3 La distribution des dimensions de grains et de pores	15
1.3 Compression des milieux granulaires	16
1.3.1 La compressibilité	18
1.3.2 Mécanismes de la densification	19
1.3.3 Evolution du réseau poreux	21
1.3.4 Equation décrivant la densification des milieux granulaires	21
1.3.4.1 Equation de Heckel	21
1.3.4.2 Equation de Kawakita-Lüdder (1970)	22
1.3.4.3 Equation de Cooper-Eaton [26]	23
1.3.4.4 Equation de Gonthier[25]	24
1.3.4.5 Conclusion partielle	25
1.3.5 Frottement/loi de contact	25
1.4 Caractérisation mécanique des poudres : calcul des contraintes mécaniques	27
1.4.1 Eléments de mécanique des milieux continus pour les milieux granulaires	28
1.4.2 Les cercles de Mohr	28
1.4.3 Calcul des contraintes mécaniques dans un milieu granulaire	30
1.4.3.1 Equation de Janssen [32]	30
1.4.3.2 Méthode des éléments finis pour les calculs des contraintes	34
1.4.3.3 Méthode des éléments discrets pour les calculs des contraintes	34
1.5 Caractérisation mécanique de la poudre après compression	35
1.5.1 Module de Young apparent	35
1.5.1.1 Mesure par flexion 3 points/4 points	35
1.5.1.2 Mesure par extensomètre	36
1.5.1.3 Mesure par ultra-son	36
1.5.1.4 Mesure par micro indentation	36
1.5.1.5 Calcul du module de Young en fonction de la porosité	36
1.5.2 Coefficient de poisson	37
1.5.3 contraintes de rupture	38
1.6 Conclusions	38
2. Chapitre 2 : Transferts thermiques dans les milieux poreux, méthodes de mesures de la conductivité thermique	40
2.1 Introduction	40
2.2 Généralités : équation de la chaleur	42
2.3 Méthodes de mesures de la conductivité thermique	43
2.3.1 Les méthodes en régime stationnaire	44
2.3.2 Les méthodes instationnaires	46
2.3.2.1 Méthode du fil chaud	46
2.3.2.2 Méthode du Hot Disk [61]	49
2.3.2.3 Choix d'une classe de mesure	51
2.4 Conductivité thermique des milieux poreux	52
2.4.1 Limites des valeurs de la conductivité thermique apparente du milieu	52
2.4.2 Modèles de type Maxwell	54
2.4.2.1 Modèle de Maxwell	54

2.4.2.2	Modèle de Hamilton [65]	55
2.4.2.3	Modèle de De Vries [66]	56
2.4.3	Modèle Hashin-Shtrikman [67]	56
2.4.4	Modèles des milieux périodiques.....	57
2.4.4.1	Modèle de Willy et Soutwick [68]	57
2.4.4.2	Modèle Krischer [69]	58
2.4.4.3	Modèle de P.L.Chaurasia, D.R.Chaudary et R.C.Bhnadari	59
2.4.4.4	Modèle de Russel et S.Frey [71, 72]	60
2.4.5	Modèles statistiques	61
2.4.5.1	Modèle de Crane et Vachon [73]	61
2.4.5.2	Modèle de Zarichniak et Novikov [74]	63
2.4.5.3	Modèle de Jinh Huie [75]	64
2.4.6	Modèles de contact.....	64
2.4.6.1	Modèle Yagi et Kunii [78]	65
2.4.6.2	Modèle de Kunii et Smith [79]	65
2.4.6.3	Modèle de Bauer et Schlünder [81]	67
2.4.6.4	Modèle de Hayashi et al [82]	68
2.4.7	Variation de la conductivité thermique en fonction de la porosité	72
2.5	Etude de la sensibilité	73
2.6	Conclusion	75
3.	Chapitre 3 : Modèle de conductivité thermique apparente en fonction des contraintes mécaniques dans un milieu monodisperse	76
3.1	Introduction.....	76
3.2	Modélisation de la conductivité thermique apparente en fonction des contraintes mécaniques. Pourquoi ? comment?.....	78
3.3	Formulation du modèle	80
3.3.1	Description du milieu.....	81
3.3.1.1	Cellule élémentaire représentative	81
3.3.1.2	calcul de la surface de contact.....	84
3.3.2	Conduction thermique dans un lit granulaire monodisperse.....	86
3.3.2.1	Conduction dans la phase fluide (Zone 1)	87
3.3.2.2	Conduction dans la phase fluide autour de surface de contact (Zone 2).....	88
3.3.2.3	Conduction dans la phase solide y compris la surface de contact (Zone 3).....	92
3.3.3	Formule générale du modèle établi	94
3.4	Présentation des techniques de mesures des paramètres structuraux.....	96
3.4.1.1	Mesure de la densité relative dans un milieu granulaire	96
3.4.2	Calcul du nombre de contacts	97
3.4.3	Mesure du module de Young/ coefficient de poisson.....	97
3.4.4	Mesure de la conductivité thermique de la phase solide.....	99
3.5	Sensibilité du modèle aux des différents paramètres	100
3.5.1	Sensibilité à la porosité initiale	100
3.5.2	Sensibilité à la conductivité thermique de la phase solide.....	101
3.5.3	Sensibilité à la conductivité thermique du fluide.....	102
3.5.4	Sensibilité au module de Young	103
3.5.5	Sensibilité au coefficient de Poisson.....	104
3.5.6	Sensibilité à la constante de compressibilité (Heckel).....	105
3.5.7	Sensibilité au rayon de la particule	106
3.5.8	sensibilité à la résistance de contact.....	107
3.5.9	Sensibilité au nombre de contact	108
3.5.10	Conclusion partielle	109
3.6	Conclusion	110
4.	Chapitre 4 : Validation expérimentale du modèle développé, analyse des résultats expérimentaux.....	111
4.1	Introduction.....	111

4.2	Caractérisation thermomécanique du milieu étudié.....	113
4.2.1	Description du milieu.....	113
4.2.2	Caractérisation mécanique du milieu.....	117
4.2.2.1	Evolution de la densité relative en fonction des contraintes.....	117
4.2.2.2	Mesure du Module de Young et coefficient de Poisson.....	120
4.2.3	Caractérisation thermique de la phase solide.....	121
4.3	Validation du modèle pour des contraintes homogènes dans le milieu.....	125
4.4	Validation du modèle pour des contraintes hétérogènes dans le milieu.....	137
4.4.1	Calcul des contraintes mécaniques avec la méthode de Janssen.....	139
4.4.2	Estimation de la conductivité thermique en fonction de la profondeur.....	140
4.5	Effet du mélange de deux poudres sur le transfert thermique.....	141
4.6	Conclusion.....	146
5.	Chapitre 5 : Evaluation de la conductivité thermique apparente des milieux stratifiés : méthode de la tige chaude, estimation du facteur de transmission.....	148
5.1	Introduction.....	148
5.2	Description de la méthode.....	150
5.2.1	Présentation du dispositif expérimental.....	150
5.2.2	Modélisation de l'expérience.....	152
5.2.2.1	Le modèle 2D.....	152
5.2.2.2	Sensibilité du modèle complet aux paramètres.....	154
5.2.2.3	Simplification du modèle.....	154
5.2.2.4	Transfert 1D.....	154
5.2.2.5	Comparaison entre les deux modèles.....	155
5.2.2.6	Estimation des paramètres.....	158
5.2.3	Validation expérimentale.....	161
5.2.3.1	Données expérimentales.....	161
5.2.3.2	Etalonnage de la sonde.....	162
5.2.4	Résultats expérimentaux.....	163
5.3	Calcul de la conductivité thermique en fonction de la profondeur.....	165
5.3.1	Dispositif expérimental.....	167
5.3.2	Calcul des contraintes mécaniques en fonction de la profondeur.....	169
5.3.2.1	Calcul du coefficient de frottement avec les Parois.....	169
5.3.2.2	Calcul des contraintes mécaniques.....	171
5.4	Modèle de Calcul de la conductivité thermique en fonction de la profondeur, et contraintes mécaniques.....	174
5.4.1	Résultats expérimentaux.....	174
5.4.2	Estimation du facteur de transmission k.....	178
5.5	Conclusion.....	181
	Conclusions et perspectives.....	183
	References bibliographiques.....	186
	Annexe 1 : Variation de la densité relative en fonction des paramètres de compression.....	195
	Annexe 2 : Etude de la sensibilité de la température (Modèle 2D) aux différentes paramètres.....	199
	Annexe 3 : Comportement thermomécanique de l'Avicel 102.....	205
	Annexe 4 : Contraintes hors silo : effet des contraintes de rupture.....	210

Introduction générale

De très grandes quantités de matériaux granulaires sont utilisées quotidiennement par l'homme, notamment dans le domaine de la géophysique, mais aussi au domaine industriel dont les principaux secteurs manipulant des solides divisés sont : bâtiment, génie civil, industrie pharmaceutique, agroalimentaire, etc.... Dans tous ces secteurs se posent toujours des problèmes de manipulation de milieu granulaire, tels que l'écoulement des poudres à travers des orifices, ou la compression.

La compression des milieux granulaires est étudiée depuis de nombreuses années et a conduit à l'obtention de lois empiriques qui donnent de bons résultats, mais leur domaine de validité est imprécis car les paramètres utilisés ne sont pas ou insuffisamment liés aux paramètres caractérisant le milieu granulaire (distribution granulométrique, propriétés mécaniques des matériaux état de surface, etc....). Le plus souvent, ces paramètres sont ajustés à partir de réalisations expérimentales. Des méthodes doivent donc être développées pour mieux déterminer ces paramètres de compression. Le développement d'une méthode fiable d'identification de ces paramètres constitue un objectif de cette thèse.

Dans ce mémoire, notre objectif consiste à appréhender la compression des milieux granulaires. Parmi les modèles de comportement mécanique utilisés, celui de Janssen est le plus simple dans sa description théorique et donne des résultats très satisfaisants. Bien que cette méthode soit déjà utilisée par plusieurs études, les paramètres mis en jeu sont peu ou mal connus, notamment le coefficient de transmission liant les contraintes radiales et axiales. Il est nécessaire d'améliorer la connaissance de la transmission des forces au sein d'un milieu granulaire par le biais d'expériences de base sur des mesures de ce coefficient. Aujourd'hui il apparaît délicat de pouvoir faire de mesures de ce coefficient sans modifier la structure du milieu, ce qui se traduit par des erreurs importantes.

Pour accéder à la mesure du facteur de transmission, nous avons eu recours à une méthode indirecte, fondée sur une relation entre la conductivité thermique apparente et les contraintes mécaniques au sein d'un milieu granulaire. Cette relation directe repose sur un modèle liant ces deux phénomènes. L'application de notre méthode requiert de coupler les modèles liant la conductivité thermique apparente et les contraintes mécaniques. Beaucoup de modèles de conductivité thermiques des milieux granulaires sont développés dans la littérature ; Ils sont basés

sur des hypothèses qui ne sont plus adaptées lorsque les milieux granulaires considérés sont soumis à des contraintes mécaniques.

Nous envisageons de prendre en compte la diminution de la porosité et l'augmentation de surfaces de contacts dues aux contraintes mécaniques dans un modèle de conductivité thermique de milieux granulaires. Et ainsi, nous espérons développer un modèle de conductivité thermique apparente en fonction des contraintes mécaniques appliquées sur un milieu granulaire.

Avec cette extension de modèle de conductivité thermique apparente et ces réalisations expérimentale, nous pourrions mesurer la réponse de la conductivité thermique apparente en fonction des contraintes mécaniques et de la profondeur. Cette réponse sera alors utilisée dans une procédure d'estimation du facteur de redirection des contraintes de Janssen.

Afin de mieux cerner les champs des contraintes mécaniques utilisées, il convient de préciser la nature et l'origine de ces contraintes. Elles sont dues à une compression uniaxiale, et peuvent être homogènes ou hétérogènes dans le milieu granulaire.

Les recherches sur les propriétés thermophysiques sont, d'une part, la caractérisation thermophysique des milieux homogènes dont la validation du modèle développé repose sur des mesures de la conductivité thermique apparente par des méthodes classiques. D'autre part, la caractérisation des milieux hétérogènes repose sur une méthode développée au cours de ce travail.

Le mémoire se structure en cinq chapitres :

Le premier chapitre a comme objectif de mettre en évidence un ensemble d'aspects physiques liés au procédé de compression à froid. La compressibilité c'est-à-dire, l'aptitude d'un milieu de réduire son volume sous une contrainte mécanique est décrite, ainsi que les méthodes de mesure des paramètres qui décrivent cette dernière.

Le deuxième chapitre aborde d'une manière succincte les modalités de mesures de propriétés thermophysiques d'un milieu granulaire. Nous listons d'une part les méthodes actuelles de mesures de la conductivité thermique qui se résument en méthodes stationnaires et instationnaires. D'autre part, nous exposons un panel de modèles de calculs de la conductivité thermique des milieux poreux, et nous essayerons de définir les cas d'application de ces modèles pour les milieux granulaires.

Le troisième chapitre est consacré à la mise au point d'un modèle simple de prédiction de la conductivité thermique apparente d'un milieu granulaire soumis à des contraintes mécaniques. A l'aide d'une solution analytique liant la conductivité thermique et les contraintes mécaniques, nous pouvons prédire la conductivité thermique apparente d'un milieu granulaire. Nous proposons également une étude de la sensibilité de la conductivité thermique aux paramètres définissant le comportement mécanique et thermique du milieu.

Dans le quatrième chapitre, sont exposés les résultats expérimentaux de mesures de la conductivité thermique apparente d'une poudre choisie. Une étude comparative, théorique, puis expérimentale y sera également explicitée. Les conclusions de ce chapitre nous permettront de faire la lumière sur un nouveau modèle pouvant évaluer les calculs de la conductivité thermique des milieux granulaires soumis à des contraintes mécaniques.

Le cinquième chapitre présente la méthodologie que nous utiliserons pour caractériser le comportement thermophysique d'un milieu hétérogène. Nous limiterons le calcul à l'identification de la conductivité thermique. Après avoir présenté une simplification du calcul, nous exposerons un dispositif expérimental d'estimation du profil de la conductivité thermique des milieux stratifiés. La deuxième partie de ce chapitre présente une extension du problème traité dans le chapitre 3. Elle sera consacrée à la mise au point d'un nouvel outil de mesure de la conductivité thermique des milieux granulaires en fonction de la profondeur et des contraintes mécaniques. Nous proposerons une nouvelle méthode d'estimation des contraintes mécaniques à partir d'une simple mesure de la conductivité thermique du milieu..

1. Chapitre 1 : Compression, les apports de la mécanique des milieux granulaires

1.1 Introduction

Les milieux granulaires constituent un sujet de recherche actuel. Cet intérêt se manifeste dans l'agroalimentaire (poudre de cacao, de farine...), l'industrie des bâtiments (sable), l'industrie chimique et pharmaceutique (comprimés à base de poudre....) On les retrouve également dans la nature (dunes, chaos...)

Les activités industrielles courantes impliquent la fabrication, le broyage, le stockage, le mélange, la compression, et l'écoulement de matériaux granulaires. Une bonne connaissance de leurs comportements et des lois qui les régissent est donc primordiale aussi bien du point de vue intérêt économique que du point de vue recherche fondamentale. La difficulté de modéliser le comportement mécanique des milieux granulaires représente un défi actuel pour les scientifiques.

La compression à froid en matrice fait partie des procédés de mise en forme des milieux granulaires. Cette technique de mise en forme exploite les propriétés du milieu d'étude en vue de contrôler les futures propriétés d'emploi du milieu après compression. En effet, le principe consiste en l'élaboration d'un matériau compact, de bonne tenue mécanique et de forme définie, à partir d'un milieu granulaire. On s'intéresse ici à des milieux granulaires fortement dilatés à leur état initial, et qui sont caractérisés par leur aptitude à changer leur comportement mécanique dès qu'ils sont soumis à une contrainte mécanique. On souhaite en particulier étudier brièvement les mécanismes de la densification des milieux granulaires, et aussi pouvoir caractériser ce changement de comportement mécanique par des équations simples.

Ce chapitre développe les principes de base qui permettront de modéliser le comportement mécanique des milieux d'étude. Il comporte 3 parties :

Dans la première partie, nous présenterons le procédé habituel de la caractérisation structurale d'un milieu granulaire. Cette caractérisation est décrite par des essais expérimentaux, permettent d'estimer la porosité, la taille, la forme des particules, et les dimensions des pores.

Dans une deuxième partie, nous exposerons les phénomènes physiques qui induisent le changement du comportement d'un milieu granulaire soumis à des contraintes mécaniques. Nous expliquerons l'effet du changement à l'échelle microscopique et macroscopique. Nous tenterons ensuite de décrire les équations empiriques les régissant.

Dans la troisième partie, nous exposerons les caractéristiques mécaniques de la poudre après compression. Cette phase sera décrite par des méthodes de calculs du module de Young apparent, du coefficient de poisson, et des contraintes de rupture. Nous montrerons par la suite que les calculs de ces paramètres représentent une difficulté au niveau de leur validation expérimentale.

1.2 Généralités sur les milieux poreux

On désigne communément par milieu poreux un solide de forme compliquée délimitant et englobant des espaces vides interconnectés remplis avec un ou plusieurs fluides [1]. On distingue deux catégories de milieux poreux :

- Les milieux hétérogènes poreux alvéolaires ou cellulaires considérés comme des espaces solides pleins de trous.
- Les milieux hétérogènes poreux granulaires ou pulvérulents considérés comme des espaces vides remplis de grains solides.

Pour ce qui suit dans ce mémoire, nous nous intéresserons seulement à la deuxième catégorie, c'est-à-dire au milieu granulaire. La phase solide est considérée discontinue déformable ou non déformable. Les milieux poreux granulaires sont structurés, parce qu'ils sont faits d'un assemblage de particules plus ou moins grosses, liées entre elles par différentes interactions (frottements, attractions électrostatiques). La distribution des particules solides dans le milieu introduit des irrégularités géométriques [2]. Les milieux poreux sont d'une extrême diversité, non seulement par leurs caractéristiques structurales (forme des grains, géométrie des pores et de la matrice solide), mais aussi par la nature des matériaux constitutifs et de leurs interactions physico-chimiques.

1.2.1 Définition des poudres/milieu granulaire

Les poudres ou les milieux granulaires font l'objet de définitions variées en raison de leur comportement complexe. Une poudre est un milieu granulaire dont les particules ont des dimensions habituellement inférieures à 100 μm [3]. Malgré leur place prédominante dans particulaire), les propriétés physiques globales des poudres sont encore mal comprises, notamment la répartition des contraintes mécaniques en fonction de l'espace. Plusieurs chercheurs considèrent de ce fait la poudre comme étant un quatrième état de la matière [4]. En effet, la poudre peut être considérée comme solide lorsqu'elle est stockée, liquide lorsqu'elle s'écoule (il faut une force suffisante pour la mettre en mouvement), et gazeuse lorsque les particules sont en suspension diluée.

Répertorier les différents paramètres permettant de caractériser une telle poudre peut se faire suivant différents critères [5]. Le but de ce chapitre n'étant pas d'en constituer une liste exhaustive, mais plutôt d'avoir un aperçu sur les paramètres exploitables dans notre sujet, seuls la porosité, la géométrie du milieu, la taille et la forme des particules ont été retenues..

1.2.2 La porosité

La porosité ε d'un milieu est la fraction du volume vide sur le volume total du milieu, aussi appelé volume apparent. Elle dépend en général de la forme et la taille des particules.

$$\varepsilon = \frac{V_{\text{vide}}}{V_{\text{app}}} \quad (1.1)$$

On peut également exprimer cet état de densification en utilisant la fraction solide, encore appelée compacité ou densité relative tel que :

$$\alpha = 1 - \varepsilon \quad (1.2)$$

On définit aussi le volume relatif, qui est égal au volume apparent du lit (V_{app}) divisé par le volume réellement occupé par le solide (V_s).

$$V_r = \frac{V_{\text{app}}}{V_s} = \frac{1}{\alpha} \quad (1.3)$$

On peut différencier deux types de porosité :

1. La porosité ouverte accessible à la pénétration du fluide (dans notre cas de l'air).
2. La porosité fermée non accessible à la pénétration du fluide.

Il est à noter que tout au long de ce mémoire, la porosité fermée sera négligée, et seule la porosité ouverte sera prise en compte.

1.2.3 La distribution des dimensions de grains et de pores

Lorsque les propriétés de structure doivent être décrites localement, c'est-à-dire en chaque petit volume du milieu, le calcul de la distribution des dimensions des grains et des pores s'impose. Sans nous attarder sur les difficultés qui existent pour la détermination de la forme et la taille des particules, nous rappelons simplement que celle-ci est ramenée à un diamètre de sphère équivalente en volume, en surface... Les méthodes de l'analyse statistique permettent de mettre en œuvre la caractérisation de la distribution des tailles des particules (courbe granulométrique) ou des pores (courbe porosimétrique). De plus, pour caractériser les différents milieux granulaires, on peut définir :

- la taille médiane, taille moyenne, la fonction de distribution
- Les diamètres équivalents des pores à partir de la courbe de porosimétrie.

Les domaines de la porosité sont définis par :

- Microporosité : taille des pores inférieurs à 20 Å.
- Mésoporosité : taille des pores entre 20- 500 Å.
- Macroporosité : taille des pores supérieurs à 500 Å.

Les résultats des calculs effectués à partir de tels modèles géométriques, comme par exemple les empilements réguliers de sphères de même diamètre montrent que les paramètres de structure (porosité, surface spécifique et tortuosité) dépendent fortement de l'arrangement et de la taille des grains [6]. On trouve ainsi, pour un arrangement cubique une porosité maximale qui vaut 0,476, pour un cubique centré une porosité de 0,32, et de 0,26 pour le cas d'un cubique à face centrée.

La porosité, la taille, la forme des particules, la distribution et les dimensions des pores sont des paramètres caractérisant la microstructure d'un milieu granulaire. Ce sont des paramètres importants pour différencier les milieux entre eux. Les variations de ces paramètres dépendent étroitement de l'intérêt d'utilisation du milieu, comme l'écoulement, la compression, etc....

L'étude des milieux granulaires peut être fondée sur deux échelles différentes : macroscopique, et microscopique. L'échelle microscopique se focalise sur l'étude des phénomènes qui interviennent au niveau des particules : interaction particule/particule, loi de contact. L'échelle macroscopique se contente de l'étude de valeurs moyennes en volume (porosité) ou en surface (contraintes) pour une collection de grains. L'étude macroscopique d'un milieu granulaire montre que le comportement mécanique dépend étroitement des paramètres de microstructures (porosité, taille des particules...).

1.3 Compression des milieux granulaires

Depuis de longs siècles, la compression a été un processus important pour la fabrication des composants utiles pour la vie humaine. Les instruments de fer égyptiens, la colonne de Delhi en Inde et les articles faits par les Incas, démontrent clairement que la compression des poudres donnant des formes désirées n'est pas vraiment nouvelle [7]. Malgré cette histoire, la compression des poudres demeure encore difficile à cerner, du fait de l'utilisation des lois empiriques. La difficulté rencontrée lors d'une compression uniaxiale, c'est que l'application d'une force axiale sur la poudre modifiera totalement sa structure interparticulaire, ainsi que les contacts entre grains et les grains eux-mêmes [8]. Ces 50 dernières années, la compression des poudres a été un processus important pour la fabrication des composants de technologie de haute qualité de précision.

La compression des poudres est employée commercialement comme méthode fiable de fabrication des pièces ou des compacts de haute résistance. La compression exige une compréhension détaillée de phénomènes agissant l'un sur l'autre, dont le but est de cerner ou améliorer les variables de processus de compression, tel que, la température, les contraintes mécaniques, et d'optimiser les paramètres de conception par exemple, la forme de matrice, lubrification, et porosité initiale. Ceci peut être réalisé en combinant des études expérimentales avec des approches analytiques et numériques.

Les chercheurs ont transposé des techniques d'études développées dans l'industrie des céramiques et de la métallurgie : utilisation d'une presse instrumentée permettant la détermination des forces axiales et radiales dans le but de calculer l'énergie dépensée pendant la compression, d'évaluer l'efficacité des lubrifiants ajoutés à la formulation, ou atteindre une densité désirée. En dépit de cela, le processus de compression des poudres connaît quelques limitations, comme les coûts initiaux d'outillage, la nécessité d'une matière première sous forme de poudre, le problème de reproductibilité de mesures [7].

Parmi les méthodes de compression des poudres, on trouve la méthode de compression à comptage (à rouleau) [9], la compression isostatique à chaud [10], et la compression en matrice à froid [11]. Dans le cadre de notre travail, tous les résultats obtenus ont été mesurés avec la méthode de compression en matrice à froid. Cette dernière se limite à une compression axiale unidirectionnelle.

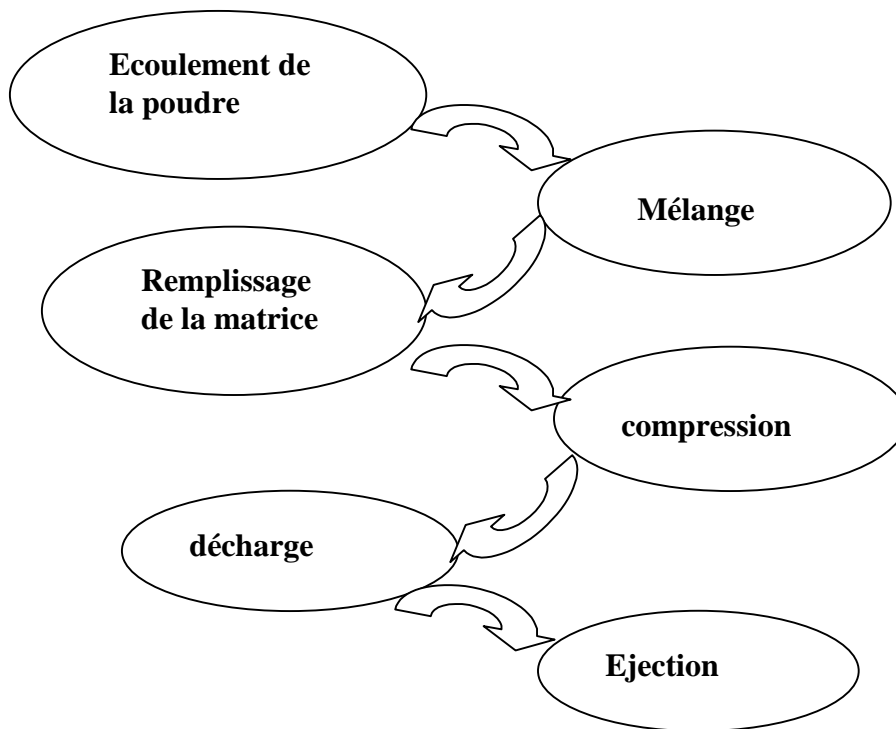


Figure 1.1 : Présentation du procédé de mise en forme par compression en matrice

Les étapes principales qui interviennent au cours de la compression sont le remplissage, la compression proprement dite, et l'éjection (figure 1.1) [12].

Lors de la compression des poudres, la réduction volumique du lit de poudre imposée par la machine à compression aura deux conséquences principales [13] : d'une part l'apparition d'une résistance opposée par le matériel, se traduisant par une pression exercée au niveau du piston, d'autre part, la transformation de la poudre en un milieu consolidé.

1.3.1 La compressibilité

Par définition, la compressibilité est l'aptitude d'une poudre à se densifier sous l'effet de la pression et la compatibilité est son aptitude à donner des comprimés cohérents ou des compacts sous l'effet de cette densification.

La compressibilité des poudres, c'est-à-dire leur aptitude à réduire leur volume sous l'effet de la pression, a fait l'objet de nombreux travaux [14, 15, 7], tant dans le domaine métallurgique que pharmaceutique, ces études ayant pour but d'établir le mode de densification des poudres et l'influence relative des différents paramètres susceptibles d'intervenir au cours de la compression. De nombreuses équations [12, 16] ont été proposées pour modéliser la densification de la poudre. Certains de ces modèles envisagent l'évolution globale de la porosité du système sous l'effet de la pression [15], tandis que d'autres

s'intéressent plus particulièrement aux modifications de la taille, la forme des particules et la réduction du réseau poreux [17].

Lors de la compression de la poudre, on assiste à un chevauchement des trois mécanismes de la densification de la poudre, à savoir [16]:

- Tassement de la poudre, qui est représenté par un réarrangement des particules, on parle dans cette étape du phénomène de remise en ordre des particules.
- Déformation élastique/plastique des particules. Si la pression devient importante, les particules commencent à se fragmenter.
- Détente et relaxation du milieu.

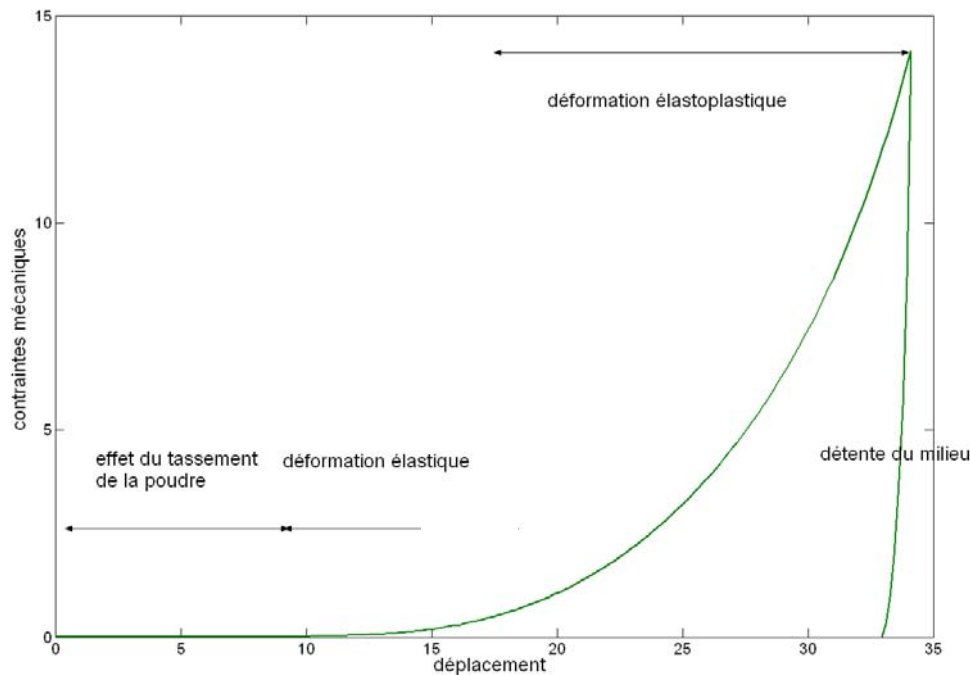


Figure 1.2 : Les étapes de déformation d'un milieu granulaire

Dans un premier temps, la densification est caractérisée par le réarrangement des particules [16], alors qu'à la fin de la densification c'est le mécanisme de la relaxation qui est prépondérant.

1.3.2 Mécanismes de la densification

La compression de la poudre a comme effet de combler les espaces entre les particules et augmenter le nombre de contacts entre ces dernières. Sous l'influence des contraintes mécaniques, les particules se déforment selon différentes étapes :

1. Le corps solide se déforme à cause de la pression appliquée par le piston. Pour des forces de liaisons interparticulaires supérieures à la tension imposée, les particules retournent à leur état initial après annulation de la force externe. Dans ce cas, on parle de déformation élastique. Cette élasticité est caractérisée par le modèle de Young [18].
2. Lorsque la pression devient élevée, c'est-à-dire, qu'elle dépasse une valeur de pression appelée seuil d'écoulement, les forces externes deviennent supérieures aux forces interparticulaires de liaisons, la poudre se déformera de manière irréversible avec déplacement des particules au sein du milieu granulaire, on parlera alors d'une déformation plastique et élastique au niveau des contacts entre grains, connue sous le nom "déformation élasto-plastique".
3. Lorsque la pression est trop importante, on observe le broyage et la fracture des grains, cela est dû à l'existence d'une grande vitesse de propagation des surfaces de fractures qui se développent au sein du milieu. La contrainte seuil de rupture des grains dépend directement de la résistance mécanique de ces derniers.

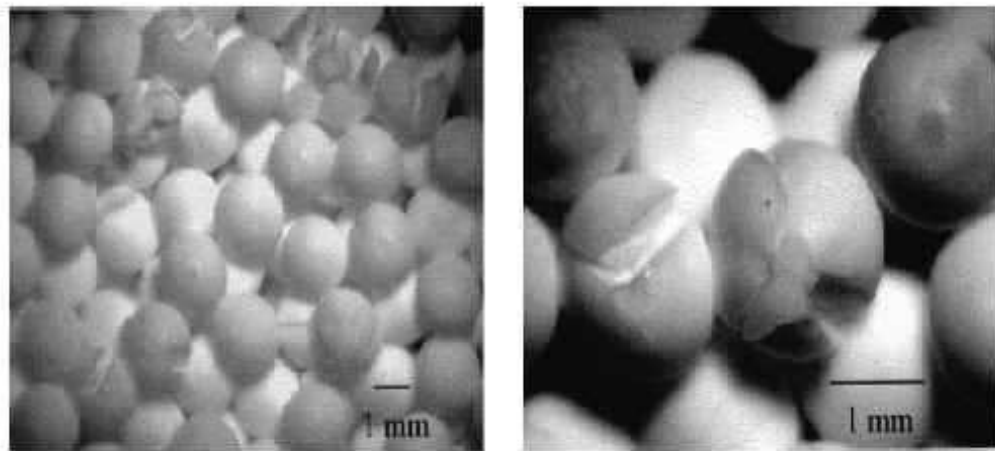


Figure 1.3 : Déformation des particules au cours d'une compression uniaxiale [19]

Pour mieux comprendre les phénomènes qui interviennent au cours de la compression, il s'avère particulièrement utile d'analyser le comportement mécanique du milieu à l'échelle macro/microscopique. Dans cette phase d'analyse, l'étude à l'échelle macroscopique repose d'une part sur l'évolution des réseaux poreux au cours de la compression, et d'autre part, sur la variation de la porosité du milieu en fonction des contraintes appliquées. En revanche, l'étude microscopique se contente d'élucider les lois de contacts qui régissent au niveau des particules.

1.3.3 Evolution du réseau poreux

La distribution du réseau poreux au sein des lits de poudre évolue au fur et à mesure que la pression augmente [20]. La taille des pores diminue lorsque le milieu est comprimé, les pores les plus larges se réduisent dans un premier temps, augmentant de manière temporaire la population de pores plus étroits. Cette variation concerne principalement les déformations plastiques. Par contre, pour des fortes pressions (déformation cassante), la fragmentation des particules conduit d'emblée à une redistribution complète des tailles dans les réseaux poreux. L'effet de la pression sur la variation de la porosité peut se traduire par deux étapes :

- a. La réduction de la porosité.
- b. La saturation de la porosité à une valeur critique.

La taille des pores n'est pas totalement réduite, quelle que soit la valeur de la pression, il existe une valeur critique en dessous de laquelle la taille des pores ne peut pas être réduite par l'augmentation de la pression [20]. Cela est dû à l'existence des forces de Van Der Walls, forces chimico-physiques, et des forces de friction qui s'opposent à la force de réduction des pores.

1.3.4 Equation décrivant la densification des milieux granulaires

La modélisation de la variation de la porosité en fonction de la pression recouvre un domaine de recherches très vaste depuis les travaux de Walker [21] en 1923. Les équations proposées jusqu'à maintenant sont empiriques et analogues. Une synthèse a été faite par Celik en 1992 [22]. Elle décrit toutes les modalités des équations utilisées jusqu'à maintenant. Les équations les plus utilisées actuellement sont celles de Heckel [23] et Kawakita [24], mais il faut citer beaucoup d'autres équations qui sont rarement utilisées, comme celles de Gonthiet [25] et de Cooper et Eaton [26].

1.3.4.1 Equation de Heckel

Heckel a proposé en 1961 [23,27] une équation empirique permettant de bien représenter l'évolution de la porosité en fonction de la pression de consolidation pour des matériaux ayant uniquement des déformations plastiques. Elle modélise bien le comportement des poudres métalliques. Par la suite cette équation a été appliquée aux matériaux fragmentaires mais avec moins de succès [21]. L'équation comporte deux constantes empiriques (A et B) qui sont fonction de la nature de la poudre :

$$\log\left(\frac{1}{\varepsilon}\right) = A\sigma + B \quad (1.4)$$

Où A dépend inversement de l'aptitude du matériau à se déformer plastiquement sous l'effet de la pression.

Aux basses pressions, domaine dans lequel le réarrangement granulaire domine, l'équation s'applique mal. En revanche, aux fortes pressions le système granulaire est bloqué et le réarrangement granulaire n'est plus possible, les grains se déforment plastiquement [28]. L'équation de Heckel présente bien ce domaine.

La figure 1.4 représente les courbes pression-densité selon Heckel.

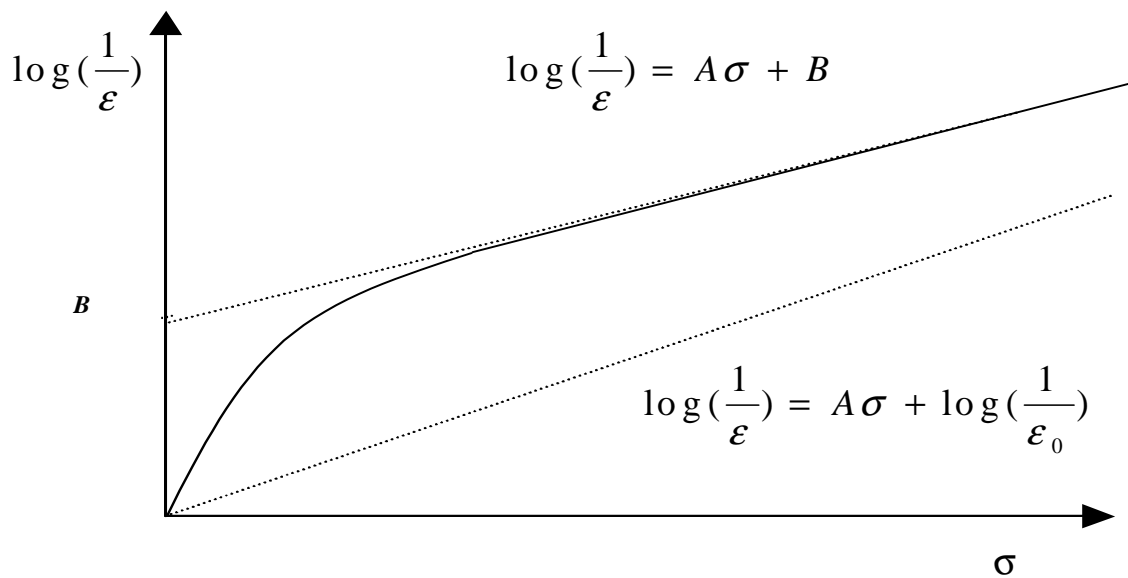


Figure : 1.4 Courbes Pression – Densité selon Heckel

L'équation de Heckel ne donne pas des informations sur les conditions initiales de la compression et les dépendances selon : la vitesse de la compression, le temps de l'expérience, et la géométrie de la matrice. Toutefois, l'équation prend en considération le remplissage de la matrice qui permet de trouver la densité relative initiale, le réarrangement des particules, la déformation plastique.

1.3.4.2 Equation de Kawakita-Lüdder (1970)

Elle fut établie par Kawakita-Lüdder en 1970. Cette équation est largement utilisée dans le domaine métallurgique et pharmaceutique, et s'exprime sous la forme :

$$C = \frac{V_0 - V}{V_0} = \frac{abP}{1 + bP} \quad (1.5)$$

Où C est le degré de la réduction de volume ; V_0 le volume apparent initial de la poudre ; V le volume à une pression donnée ; P la pression appliquée et a, b des constantes caractéristiques de la poudre à déterminer par des travaux expérimentaux.

L'équation peut s'écrire sur une autre forme :

$$\frac{P}{C} = \frac{1}{ab} + \frac{P}{a} \quad (1.6)$$

L'équation 1.5 montre qu'elle ne met pas en évidence les différentes phases de pression de la poudre [2], mais une linéarité sur une large gamme de pressions, avec une déviation au niveau des faibles pressions (Kawakita et Lüdder, 1970/71 ; Sheikh-salem et Fell, 1981b). L'équation de Kawakita est utilisée principalement pour décrire le comportement aux faibles pressions comme le tassement par tapement de la poudre ou la compression par vibration.

La constante a correspond à C_∞ pour des fortes pressions :

$$C_\infty = \frac{(V_0 - V_\infty)}{V_0} = a \quad (1.7)$$

Où V_∞ est le volume de la poudre pour une pression tendant vers l'infini. Par conséquent, le paramètre a est lié à la valeur initiale de la porosité pour une pression par piston. La valeur de b traduit la résistance de la poudre à la densification [24].

Pour une compression par tapement et par vibration, la constante b traduit l'inverse de la force de cohésion de la poudre [24].

L'application de la méthode de Kawakita dépend de l'examen des courbes obtenues, c'est-à-dire, de la maîtrise des conditions initiales de l'expérience. En effet, les valeurs a et b dépendent des conditions de remplissage de la matrice, ce qui constitue un inconvénient pour l'exploration de la méthode, du fait que lors du remplissage de la poudre, on est toujours confronté au problème de la hauteur (la poudre prend une forme conique) de la poudre. Ceci fait que jusqu'à maintenant, on n'arrive pas à assurer la reproductibilité du remplissage de la matrice.

1.3.4.3 Equation de Cooper-Eaton [26]

L'équation de Cooper et Eaton (1962) s'exprime sous la forme suivante :

$$\frac{V_0 - V}{V_0 - V_\infty} = a_1 e^{-\frac{k_1}{P}} + a_2 e^{-\frac{k_2}{P}} \quad (1.8)$$

V_0 volume initial de la poudre

V : volume pour une pression donnée

V_∞ volume du comprimé à porosité nulle

a_1 et a_2 : coefficients respectivement associés aux étapes observées

k_1 et k_2 pression auxquelles chacune des étapes se manifeste avec la plus grande intensité.

L'équation présente deux étapes de remplissage des pores interparticulaires selon la taille de ces derniers :

- La première étape est bien présentée lorsque la taille des pores est égale ou supérieure à celle des particules. Cela peut se manifester par un début de fragmentation ou de déformation des aspérités (le coefficient a_1 reflète cette première étape).
- La seconde étape commence lorsque la porosité interparticulaire est plus faible. Elle est alors comblée par écoulement plastique ou fragmentation des particules. Cette étape peut être présentée par le coefficient a_2 .

Pour une marge de pression très élevée, l'équation de Cooper-Eaton peut être simplifiée en la réduisant à un seul terme

$$\frac{V_0 - V}{V_0 - V_\infty} = a_3 e^{-\frac{k_3}{P}} \quad (1.9)$$

Où a_3 est égale à la somme $a_1 + a_2$ et k_3 est une nouvelle constante. Van Der Zwan et Siskens (1982) ont également montré que k_3 correspondait à l'inverse de la constante b de l'équation de Kawakita.

1.3.4.4 Equation de Gonthier[25]

Cette équation est inspirée de l'équation de Heckel. Elle donne des bons résultats pour des faibles pressions. L'équation s'écrit sous la forme suivante :

$$\varepsilon = K_1 \exp(-b_g \sigma) + \alpha_g \exp(-\beta \sigma) \quad (1.10)$$

ε : porosité du lit de poudre sous contraintes

α_g : constante représentative de la rupture des particules au cours de la compression

β : constante représentant la facilité avec laquelle cette fragmentation aura lieu.

β Etant environ 10 fois plus grande que b_g , la contribution du second terme devient négligeable à forte pression, et l'équation se ramène alors à celle de Heckel.

1.3.4.5 Conclusion partielle

Les équations citées ci-dessus donnent de bons résultats sur les mécanismes de la densification des poudres en fonction de la porosité. Cependant, malgré leur utilité, chaque équation est applicable pour une marge de pression limitée, ce qui réduit leur application. Les équations de la densification ne prennent pas en considération la vitesse de la compression, la taille des particules, la forme des particules. Du fait de leur dépendance au remplissage initial de la matrice, ces équations restent mal maîtrisées.

1.3.5 Frottement/loi de contact

La loi de contact joue un rôle primordial pour étudier le comportement mécanique d'un milieu granulaire. Il s'agit d'une caractérisation microscopique fondée sur les deux propriétés macroscopiques représentées par deux particules solides.

Quand deux solides sont en contact comme illustré par la figure 1.5, la force exercée de la particule 1 sur la particule 2 est constituée d'une force normale et d'une force tangentielle. Si les deux solides ont un mouvement relatif (contact glissant), la force de frottement F_T résiste à ce mouvement. Elle est la résultante de deux forces : force de cisaillement et force de déformation. La force tangentielle est toujours proportionnelle à la force normale par l'équation $F_T = \mu \cdot F_N$ (loi de Coulomb), où μ est appelé le coefficient de frottement. Sous l'effet des contraintes appliquées sur les particules, une surface de contact se forme, cette dernière dépend de la géométrie des deux particules, et des caractéristiques mécaniques de chaque particule.

Par définition, la loi de contact est une description mécanique liant la force de contact et le déplacement au niveau de zone de contact [29]. On peut citer les théories de Hertz et de Mindlin qui sont adaptées pour la modélisation des déformations élastique des particules de forme sphérique ou cylindrique, qui conduisent à une relation contrainte-déformation non-linéaire. Parmi les autres lois, nous citons la loi (visco)-élasto-plastique utilisée dans Storakers et al, (1999), Martin et al (2003), et Martin et Bouvard (2004).

Loi de contact non linéaire : Loi de HERTZ

L'élasticité linéaire est généralement décrite par les relations suivantes [29] :

$$F^n = K^n \cdot \chi^n \quad (1.11)$$

$$F^t = K^t \chi^t \quad (1.12)$$

Où F^n et F^t sont respectivement les composantes normale et tangentielle de la force de contact. K^n , K^t , χ^n , et χ^t représentent, respectivement, les rigidités normales et tangentielles de contact, les composantes normales et tangentielles du déplacement relatif entre deux particules en contact.

Les raideurs de contact sont fonction des raideurs définies pour les deux particules 1 et 2 (figure 1.5) en contact de manière suivante :

$$K^n = \frac{K_1^n K_2^n}{K_1^n + K_2^n} \text{ et } K^t = \frac{K_1^t K_2^t}{K_1^t + K_2^t} \quad (1.13)$$

Dans le cas non linéaire, on peut citer les théories de Hertz et de Mindlin qui sont adaptées pour la modélisation des déformations des particules. Hertz a établi des relations théoriques dans le domaine élastique, pour des contacts ponctuels. Il a considéré des cas simples tels que : sphère-sphère, sphère-plan, cylindre-plan. La loi de contact décrit dans un milieu granulaire dépend étroitement du type de déformation entre les deux particules.

Les expressions normales et tangentielles au contact sont liées aux caractéristiques physiques et aux dimensions des particules en contact par les relations suivantes, ainsi qu'à la force appliquée, ce qui conduit à la non-linéarité [30] :

$$K^n = \frac{2G\sqrt{2r'}}{3(1-\nu')} \sqrt{\chi^n} \quad \text{et} \quad K^t = \frac{2(3r'G^2(1-\nu'))^{1/3}}{2-\nu'} |F^n|^{1/3} \quad (1.14)$$

G : Module de cisaillement moyen des particules 1 et 2 en contact (figure 1.5) tel que :

$$G = \frac{G_1 + G_2}{2} \quad (1.15)$$

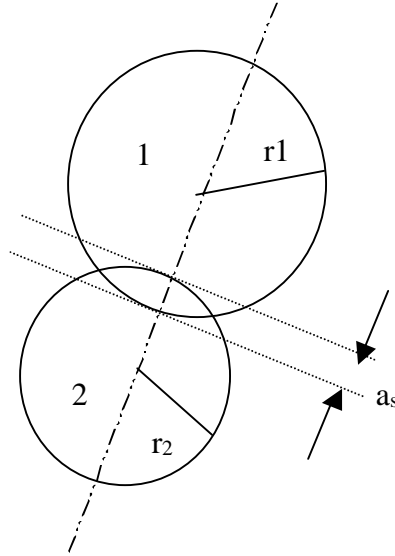
ν' : Coefficient de poisson moyen des particules 1 et 2 en contact :

$$v' = \frac{v_1 + v_2}{2} \quad (1.16)$$

r' est fonction des tailles des deux particules en contact tel que :

$$r' = \frac{2r_1 r_2}{r_1 + r_2} \quad (1.17)$$

Figure 1.5 : Modèle de contact simplifié



Jusqu'à présent, nous avons décrit les évolutions de certains paramètres (porosité, dimension des pores, surface de contact) au cours de la phase de compression, mais dans notre travail sur la compression des milieux granulaires, nous chercherons à évaluer, d'un point de vue qualitatif, l'importance d'une réduction volumique du milieu. Le problème qui nous préoccupe dans ce mémoire, est de calculer les contraintes mécaniques dans le milieu. Une étude plus ciblée sur la compression des poudres, utilisant des équations analytiques et numériques pouvant nous approcher des calculs des contraintes mécaniques à l'état d'équilibre sera développé dans le paragraphe suivant.

1.4 Caractérisation mécanique des poudres : calcul des contraintes mécaniques

Le but principal de ce paragraphe est d'introduire les principes de base de la mécanique des milieux granulaires. Pour la modélisation du comportement mécanique d'un milieu granulaire, il semble naturel d'associer à cette diversité de comportement un nombre suffisant de paramètres de contrôle. Ces paramètres résident dans le frottement, la cohésion, la densité finale, etc.... Le comportement mécanique macroscopique du milieu granulaire est généré par un comportement au niveau des particules.

1.4.1 *Eléments de mécanique des milieux continus pour les milieux granulaires*

La théorie des milieux continus appliquée aux poudres repose sur la considération d'un milieu granulaire discrétisé en plusieurs petits volumes finis. Chaque volume est considéré comme un milieu continu, et soumis à des efforts mécaniques exercés par les volumes voisins. Pour un volume élémentaire supposé cubique en coordonnées cartésiennes, les contraintes sont décomposées en contraintes normales (σ_x , σ_y et σ_z) et contraintes tangentielles ($\tau_{ij \ i \neq j}$). A l'état d'équilibre, (le moment des forces est nul sur les trois axes), nous trouvons que $\tau_{ij} = \tau_{ji}$, par conséquent la symétrie du tenseur des contraintes est vérifiée [31].

Nous nous mettons dans une configuration où l'état des contraintes est fixé, et les contraintes tangentielles s'annulent. Pour la réalisation de cette dernière hypothèse, il existe une orientation unique pour laquelle les contraintes sur la face du cube s'annulent. Dans ce cas, les contraintes normales sont les contraintes principales σ_1 , σ_2 , et σ_3 et les directions sont les directions principales.

1.4.2 *Les cercles de Mohr*

Nous supposons que les contraintes principales sont connues et cherchons à décrire les contraintes dans n'importe quel plan.

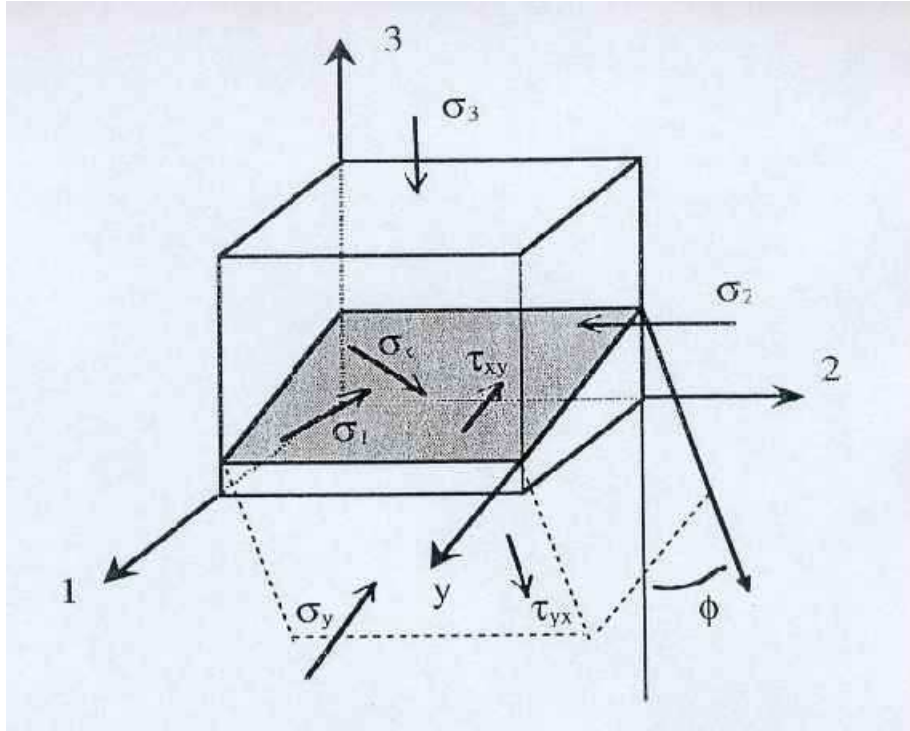


Figure 1.6 : Connaissant les contraintes principales dans le repère des axes principaux, il est possible de calculer les contraintes s'exerçant sur un plan quelconque

Dans l'orientation décrite par la figure 1.6, les contraintes peuvent être calculées à partir des contraintes principales et les relations obtenues sont les suivantes [31] :

$$\sigma_x = \frac{\sigma_1 + \sigma_3}{2} - \left(\frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2}\right) \cos 2\phi \quad (1.18)$$

$$\sigma_y = \frac{\sigma_1 + \sigma_3}{2} + \left(\frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2}\right) \cos 2\phi \quad (1.19)$$

$$\tau_{xy} = \left(\frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2}\right) \sin 2\phi \quad (1.20)$$

L'état des contraintes est donc décrit dans le plan de contraintes (σ , τ) par un cercle de centre, $\tau_m=0$, et de rayon $\frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2}$, tel que représenté sur la figure 1.7.

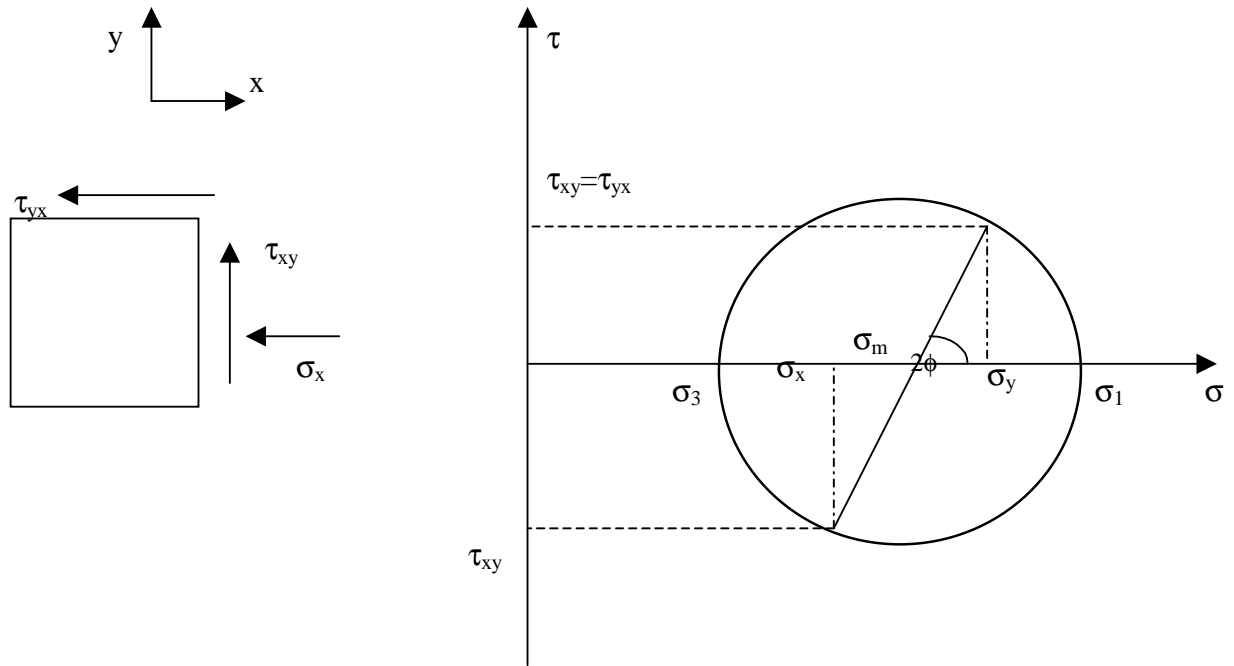


Figure 1.7 : Cercle de Mohr σ_1 est appelé contrainte principale majeure et σ_3 , contrainte principale mineure.

1.4.3 Calcul des contraintes mécaniques dans un milieu granulaire

Considérons un milieu granulaire soumis à une contrainte mécanique à l'équilibre. Notre objectif est de déterminer les variations des contraintes mécaniques dans le milieu. Cela nécessite des mesures des contraintes mécaniques en chaque point du milieu.

1.4.3.1 Equation de Janssen [32]

En 1889, Janssen tenta de calculer la variation des contraintes mécaniques en fonction de la profondeur dans un silo. Le milieu granulaire est soumis à son propre poids et au frottement de la paroi. La méthode du calcul basée sur la description de l'équilibre d'une tranche du milieu (c'est pour cela que la méthode a pris le nom de "méthodes des tranches »). Le milieu d'étude est décrit sur la figure 1.8. Chaque tranche est soumise aux forces dues à la couche au-dessus et en dessous d'elle, et à la force due au frottement des parois, ainsi qu'au poids de la couche. La poudre est supposée non cohésive.

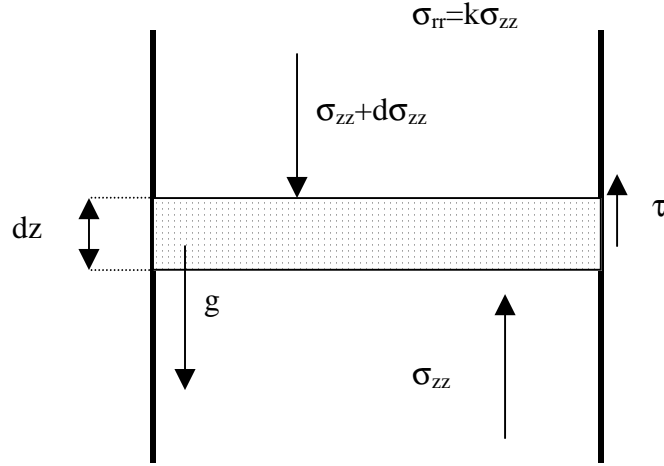


Figure 1.8 : Milieu granulaire stratifié : les forces agissantes sur une strate

Le bilan des forces agissantes sur chaque couche montre que le problème peut être présenté par l'équation suivante :

$$\underbrace{\frac{\pi D^2}{4} \sigma_{zz}}_{\text{contrainte verticale}} + \underbrace{\frac{\pi D^2}{4} \rho g dz}_{\text{effet du poids de la strate}} + \underbrace{\frac{\pi D^2}{4} (\sigma_{zz} + d\sigma_{zz})}_{\text{contrainte verticale en } z+dz} + \underbrace{\pi D dz \tau}_{\text{effet des parois}} = 0 \quad (1.21)$$

$$\frac{d\sigma_{zz}}{dz} + \frac{4\tau}{D} = \rho g \quad (1.22)$$

Cette écriture suppose que les contraintes sont homogènes dans la section du silo, ce qui n'est pas forcément le cas, et que la poudre est sans cohésion.

$$\tau = \mu \sigma_{rr} \quad (1.23)$$

Où μ est le coefficient de friction de la poudre avec les parois. Enfin, le modèle de Janssen suppose que le rapport entre les contraintes mécaniques radiales et axiales (suivant z) est constant:

$$\sigma_{rr} = k \sigma_{zz} \quad (1.24)$$

Où k est un coefficient qui peut être encadré par les coefficients de Rankine décrit ci-après.

L'équation 1.24 n'est valable que si la poudre est partout en état de rupture (le cercle de Mohr tangente le critère de coulomb) et si les directions principales gardent une orientation constante.

1.4.3.1.1 Le Coefficient de Rankine

Le coefficient de Rankine appelé aussi facteur de transmission de forces, joue un rôle principal pour le calcul des contraintes mécaniques dans un milieu granulaire. Par définition, ce paramètre décrit une relation directe liant les contraintes principales du cercle de Mohr comme décrit sur la figure 1.9

Considérons un volume élémentaire dans un sol horizontal d'extension infinie (figure 1.9). La contrainte normale sur la surface supérieure est égale à zéro et la contrainte normale sur les surfaces verticales (σ_{xx}) est inconnue. Pour des raisons de symétrie, nous supposons l'absence de cisaillement dans chaque plan vertical. A partir de l'équilibre des forces verticales, nous pouvons obtenir la contrainte normale sur la surface inférieure du volume élémentaire situé à une profondeur h tel que :

$$\sigma_{yy} = \rho g h \quad (1.25)$$

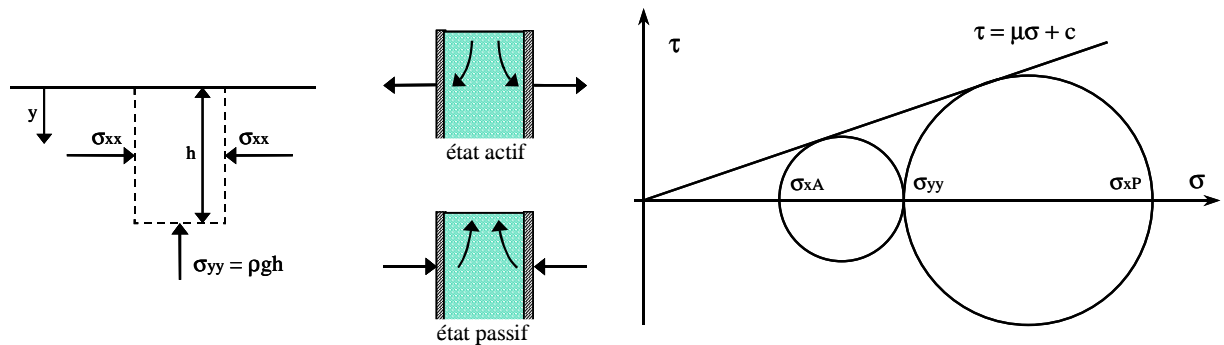


Figure 1.9 : Coefficient de Rankine : exemple du sol infini (à gauche), les états de contraintes (au centre) et le cercle de Mohr qui représente les contraintes de rupture pour chaque état.

Nous supposons qu'il n'existe pas de contraintes de cisaillement dans le plan vertical. Par conséquent, il n'y aura pas non plus de contrainte de cisaillement dans le plan horizontal ($\tau_{yw} = \tau_{xy} = 0$) d'où, on peut représenter la contrainte σ_{yy} dans le cercle de Mohr (figure 1.7).

En traçant la droite de Coulomb (critère de rupture) dans le même diagramme, on trouve deux valeurs limites pour les contraintes normales sur les surfaces verticales: σ_{xP} et σ_{xA} . Si la contrainte latérale σ_{xx} est diminuée jusqu'à σ_{xA} , le sol se retrouve alors en état de rupture dit actif, car il correspond à la rupture du sol sous l'effet de son propre poids. De même, si la contrainte latérale σ_{xx} est augmentée jusqu'au seuil σ_{xP} , on atteint l'état passif de Rankine, qui correspond à l'écrasement.

Pour la situation illustrée par la figure 1.8 où la poudre n'est pas cohésive ($c=0$), car la droite de Coulomb passe par l'origine, les coefficients de Rankine sont décrits par les équations 1.26 et 1.27.

$$k_A = \frac{\sigma_{xA}}{\sigma_{yy}} = \frac{\sigma_{xA}}{\rho gh} = \frac{1 - \sin\phi}{1 + \sin\phi} \quad (1.26)$$

$$k_P = \frac{\sigma_{xP}}{\sigma_{yy}} = \frac{\sigma_{xP}}{\rho gh} = \frac{1 + \sin\phi}{1 - \sin\phi} \quad (1.27)$$

Les paramètres k_A et k_P ne sont pas des valeurs absolues pour le coefficient k , mais de valeurs limites ($k_A \leq k \leq k_P$).

1.4.3.1.2 Résolution de l'équation de Janssen

En substituant les deux relations 1.23 et 1.24 dans l'équation 1.22, on aboutit à l'équation différentielle linéaire suivante :

$$\frac{d\sigma_{zz}}{dz} + \frac{4\mu k}{D} \sigma_{zz} = \rho g \quad (1.28)$$

Cette équation admet pour solution générale :

$$\sigma = \left(\sigma_0 - \frac{\rho g}{4\mu k} D \right) e^{-\frac{4\mu k}{D} z} + \frac{\rho g}{4\mu k} D \quad (1.29)$$

L'équation montre que la répartition des contraintes mécaniques verticales en fonction de la profondeur suit une fonction exponentielle, dont la constante de montée permet de définir une profondeur de saturation. Le problème qui subsiste réside dans l'indétermination résultante des simples encadrements de k pour un tel milieu granulaire. Beaucoup d'études ont tenté de calculer ce facteur, parmi lesquelles on peut citer les recherches de Shah [33], qui consistent à placer des jauges (capteurs) de mesure des contraintes mécaniques à l'interface de la poudre avec les parois.

En faisant tendre le diamètre D vers l'infini, on retrouve qu'à partir d'une certaine profondeur, les contraintes mécaniques restent constantes, cela se manifeste par un freinage des forces qui sont maintenus par les parois. Les couches profondes ont tendance à ne pas être sensibles à une variation des contraintes mécaniques. La valeur de la contrainte mécanique virtuelle de saturation vaut :

$$\sigma_{\infty} = \frac{\rho g D}{4\mu k} \quad (1.30)$$

La hauteur caractéristique de stockage à partir de laquelle la contrainte en bas du silo est saturée vaut :

$$h_c = \frac{D}{4\mu k} \quad (1.31)$$

Le calcul de la profondeur de saturation nous permet de remonter au calcul de la valeur de k . Le calcul de cette dernière joue un rôle déterminant pour la caractérisation mécanique de l'homogénéité de k dans un milieu granulaire.

1.4.3.2 *Méthode des éléments finis pour les calculs des contraintes*

Pour modéliser un milieu granulaire, cette méthode est basée sur une approche traditionnelle, celle de la mécanique des milieux continus, à l'instar de la mécanique des fluides et de la théorie de l'élasticité où il est impossible et inutile de raisonner sur les molécules ou atomes individuellement. La méthode considère que le milieu est continu de structure solide. La méthode adopte l'utilisation d'un maillage adaptatif, et elle nécessite de définir une loi de comportement du milieu. Les lois utilisées pour les simulations numériques sont Drucker-Prager [34] et Cam Clay [35]. L'avantage de cette utilisation, est que ces modèles sont souvent déjà intégrés dans les codes de calculs commerciaux.

1.4.3.3 *Méthode des éléments discrets pour les calculs des contraintes*

A l'origine, cette méthode est issue des travaux effectués par Cundall [36] en 1971, conçue initialement pour les problèmes de mécanique des roches. Plus tard, en 1979, il aboutira au développement de la méthode des éléments discrets pour les sols ainsi que les milieux granulaires. Durant les dernières décennies, avec l'énorme progrès de technologie surtout dans le domaine de programmation numérique, cette méthode connaîtra son apogée, conduisant ainsi à des codes commerciaux comme PCF2D, et PCF3D développés par la société ITASCA. La méthode est basée sur 3 démarches principales : la détection de chaque position de contact, le calcul à chaque contact de la force de contact à partir du déplacement relatif des deux particules en contact, puis le calcul de la nouvelle position de chaque particule.

Certes, cette méthode a connu beaucoup de succès, mais elle est limitée par son nombre de particules, qui ne peut pas dépasser dans les meilleures conditions quelques

dizaines de milliers de particules. Jagota et Scherer (1995) ont étudié les taux d'agglomération et les viscosités efficaces des composés en utilisant 1146 particules ayant les propriétés dures ou molles. Parhami et Mcmeeking (1998) ont étudié l'agglomération initiale d'étape des poudres en utilisant 266 particules. Deutschmann et autres (1998) ont étudié le tassement froid des poudres en utilisant 212 particules sous chargement isostatique.

Dans chacun de ces modèles, l'équilibre des forces et des moments a été imposé à chaque particule pour tenir compte des forces normales et de cisaillement aux jonctions entre les particules. Pour mieux estimer les contraintes mécaniques dans un milieu granulaire, il serait intéressant de mesurer ces derniers par les trois méthodes, mais afin d'optimiser le temps de ces calculs, nous avons porté une attention particulière aux travaux de Janssen. La détermination du paramètre k présente la clé de la résolution du problème du calcul de contraintes mécaniques dans un milieu granulaire comprimé.

A l'issue d'une compression uniaxiale, le milieu granulaire change de propriétés mécaniques. La forme des particules change au fur et à mesure que les contraintes augmentent. Après compression, et pour de fortes contraintes mécaniques, le milieu devient des compacts solides avec une grande dureté mécaniques. Les propriétés mécaniques qui peuvent décrire le comportement mécanique après compression sont : le module de Young apparent, le coefficient de poisson apparent, et les contraintes de rupture.

1.5 Caractérisation mécanique de la poudre après compression

1.5.1 Module de Young apparent

Lorsqu'un solide isotrope est soumis à une sollicitation réversible de traction/compression, on observe une elongation/réduction ΔL selon la direction de sollicitation. Ce phénomène est décrit par le module de Young. La mesure du module de Young n'est pas triviale et les résultats trouvés dans l'abondante littérature présentent des différences qui peuvent aller jusqu'à un facteur 4. Les méthodes les plus connues pour la mesure module sont :

1.5.1.1 Mesure par flexion 3 points/4 points

Elle est réalisée sur des barrettes, avec 3 ou 4 points d'appuis, ce dernier cas permettant de bénéficier d'une zone centrale dans laquelle le moment est uniforme. Elle est essentiellement utilisée avec des matériaux fragiles, dont le comportement sera élastique. La plastification, associée au fait que le comportement en traction et en compression peut être

différent, conduit à des redistributions de contraintes complexes dans l'éprouvette, si bien que le dépouillement de l'essai lui-même peut nécessiter un calcul de structure.

1.5.1.2 Mesure par extensomètre

C'est une extension de la méthode directe, le dispositif expérimental pour cette mesure est basé sur un extensomètre très sensible à un déplacement qui est placé en contact avec le milieu. La déformation du milieu (réduction du volume) se manifeste par un déplacement des crochets de l'extensomètre. A l'aide de l'équation générale liant le déplacement et les contraintes mécaniques normale, on peut remonter au calcul de module de Young. Cette méthode présente une difficulté de mise en œuvre. En effet le déplacement dans le milieu granulaire dépend de l'emplacement des crochets de l'extensomètre, qui dépend de la densité du milieu.

1.5.1.3 Mesure par ultra-son

Cette méthode est basée sur la transmission d'une onde dans le milieu granulaire compacté. En fonction de la taille des pores, l'onde se propage avec une vitesse qui dépend de la dimension des pores.

1.5.1.4 Mesure par micro indentation

La nano indentation est une technique permettant l'évaluation de la dureté et du module de Young d'un matériau par l'enfoncement d'une pointe (micro-sonde). Cette méthode est conçue pour la caractérisation mécanique des céramiques et aussi des milieux multicouches (revêtements des matériaux, particule enrobées) [37]. La taille des pointes est à l'échelle de dizaine de micromètres. Ces pointes sont toujours sous forme de pyramide avec une base triangulaire[38]. Les mesures expérimentales demandent des appareils très sensibles et précis, car la méthode de mesure est basée sur le principe « charge-décharge » du milieu, et le déplacement de la pointe (déformation du matériau) est à l'échelle micromètres parfois même du nanomètre. Cela nécessite d'appliquer des charges assez faibles de quelques dizaines de micro newton [102]. La méthode donne des anomalies, et la réalisation de ce genre de mesure est très coûteuse et demande surtout une longue préparation des échantillons.

1.5.1.5 Calcul du module de Young en fonction de la porosité

Le module de Young dépend entre autres de la densité (porosité) du milieu granulaire. L'élasticité a été évaluée comme propriété de matériel compact, se rapportant à un certain état de tassement ou porosité [38]. Plusieurs équations prédictives ont été proposées reliant la déformation élastique avec la porosité et différentes techniques ont été appliquées

pour la détermination de la déformation élastique (mesure de module de Young). Les équations sont empiriques, mais leur applicabilité devient restreinte pour des faibles porosités. Pour une meilleure prévisibilité du module de Young sur la gamme entière de porosité, des équations semi-empiriques de loi de puissance étaient récemment développées. Néanmoins, sans compter qu'à l'extrapolation des données, l'adéquation de la prévision de Young de module est limitée puisque les conditions de l'essai ne sont pas dans tous les cas idéaux.

Dans le tableau ci-dessous on a porté certaines équations qui peuvent calculer le module de Young en fonction de la porosité du milieu [39].

Auteurs/expression	description
Knudsen $E=E_0\exp(-b\varepsilon)$	Il ne satisfait pas la condition de frontière pour laquelle E égale zéro $\varepsilon = 1$
Wang $E=E_0\exp[-(b\varepsilon+c\varepsilon^2)]$	Pour des matériaux composés de particules sphériques rangées dans structure cubique; la solution exacte pour P = 0,38 (exactitude de $\pm 2\%$)
$E=E_0\exp[-(b\varepsilon+c\varepsilon^2+d\varepsilon^3+...)]$	Pour une porosité plus élevée, une relation avec l'exposant polynôme.
Phani-niyogi $E = E_0(1 - a\varepsilon)^n$	Défini comme "facteur de la géométrie de réarrangement": $1 \leq a \leq 3,85$; n dépend de la morphologie de grain et de la géométrie de pores.
Ishai-cohen $E = E_0(1 - \varepsilon^{2/3})$	Un modèle biphasé d'inclusion cubique dans une matrice cubique.
Coble-Kingery $E=E_0(1-1.91\varepsilon+0.91\varepsilon^2)$	Dérivé de l'expression de Mackenzie [Martin] sur la base de l'état de frontière $E = 0$ à $\varepsilon = 1$
Hasselman $E=E_0\{1+A\varepsilon/[1-(A+1)\varepsilon]\}$	Il ne satisfait pas la condition de frontière pour laquelle E égale zéro $\varepsilon = 1$
Czeremskoy $E = E_0(1 - \varepsilon)/(1 + \varepsilon\xi)$	ξ Pour le système hétérogène contenant les pores non-connectés; de $k \approx 1$ pour des matériaux avec $\nu = 0,25$ (ν coefficient de Poisson).

Dans un milieu granulaire, la porosité n'est pas homogène, par conséquent le module de Young doit être considéré comme une propriété locale.

1.5.2 Coefficient de poisson

Par définition, le coefficient de Poisson permet de caractériser la contraction de la matière perpendiculairement à la direction de l'effort appliqué. Le coefficient de Poisson est toujours inférieur ou égal à 1/2. S'il est égal à 1/2, le matériau est parfaitement incompressible, c'est-à-dire, le milieu se déforme à une valeur constante. Contrairement au paramètre de module de Young, le coefficient de poisson n'est pas beaucoup influençable par la porosité du milieu.

1.5.3 contraintes de rupture

Des essais mécaniques menés sur des compacts solides, montrent expérimentalement qu'à partir d'une certaine contrainte mécanique le compact se casse au centre du compact. En effet, lorsque la contrainte de cisaillement τ que l'on applique à un matériau solide dépasse une valeur critique, il cède et se rompt, et cette valeur critique dépend de la contrainte normale σ_n à laquelle le cisaillement est réalisé.

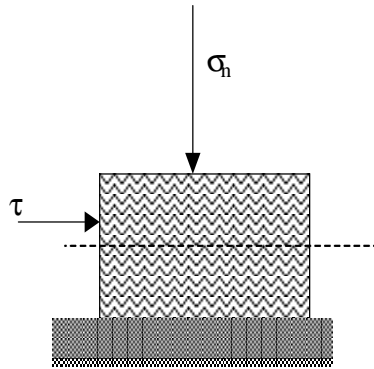


Figure : 1.10 : Cisaillement d'un matériau sous une contrainte normale σ_n , C correspond à la cohésion et T à la contrainte de rupture à la traction (compression)

Les résultats montrent que cette contrainte de rupture n'est pas un paramètre intrinsèque des milieux granulaire, mais dépend de la densité (porosité) initiale du milieu.

1.6 Conclusions

La physique des milieux granulaire s'intéresse, en général à cerner des lois microscopiques/macrosopiques du milieu. L'aspect granulaire du milieu représente une complication pour comprendre certains phénomènes qui se produisent au cours de la compression.

Dans ce chapitre, nous avons vu qu'un milieu granulaire est formé d'un ensemble de grains qui interagissent entre eux par des lois de contact. Cette interaction produit des zones de contact entre particules. Les lois de Hertz peuvent décrire en partie ce phénomène de contact. L'approche proposée pour différencier entre les milieux granulaires s'articule sur les propriétés de microstructure : la porosité, la taille des particules, les dimensions des pores, etc....

Dans le deuxième volet de ce chapitre, la compression uniaxiale occupe une place importante, et l'accent a été mis sur les problématiques liées à la compression des milieux granulaires. Différentes méthodes de détermination de l'équation de la densification sont

exposées. Parmi celles-ci, l'équation de Heckel et Kawakita qui donnent de bons résultats dans le régime de faible et haute pression. Ces équations sont empiriques et dépendent de la plage de contrainte mécanique utilisée qui limitent leur utilisation.

En outre, la caractérisation mécanique après compression est réalisée à partir des mesures de module de Young, coefficient de poisson, contraintes de rupture. Ces paramètres sont des mesures apparentes puisqu'ils dépendent de la porosité, la taille des particules, et sont difficiles à mesurer sur des milieux pulvérulents.

2. Chapitre 2 : Transferts thermiques dans les milieux poreux, méthodes de mesures de la conductivité thermique

2.1 Introduction

Les milieux granulaires sont généralement des milieux poreux diphasiques comportant une phase solide et une phase gazeuse, et sont caractérisés par leurs porosité. L'étude des transferts thermiques au sein de ces milieux constitue un champ de recherche important. Les transferts thermiques au sein d'un milieu granulaire dépendent de certains paramètres comme la porosité, l'état des particules, la nature de chaque phase, et la structure du milieu [40]. Dans le cadre des travaux menés sur le comportement thermique des milieux granulaires, nos études ont été consacrées seulement à l'étude de la conductivité thermique apparente.

L'objectif de ce chapitre est de présenter d'une manière succincte les diverses méthodes de mesures des propriétés thermiques, notamment de la conductivité thermique. De nombreuses méthodes de mesures de la conductivité thermique des milieux poreux ont été développées, faisant appel à des développements d'outils expérimentaux et de modélisations plus ou moins complexes. Les méthodes proposées donnent de bons résultats, mais dépendent en général de certains paramètres (géométrie du milieu étudié, conditions aux limites) et donc se pose le problème de leurs champs d'application. La validité de chaque méthode dépend de sa fiabilité ainsi que de la marge d'erreur calculée à partir d'un modèle décrit.

Bien que la conductivité thermique apparente d'un milieu granulaire dépende de plusieurs paramètres structuraux, seule la porosité qui joue un rôle primordial, est prise en compte. Certains modèles de calcul introduisent les surfaces de contact, qui jouent un rôle important surtout pour les milieux granulaires consolidés.

Le chapitre suivant comporte deux parties complémentaires. La première expose d'une manière générale les méthodes de mesures de la conductivité thermique. La deuxième partie est consacrée à présenter certains modèles de la littérature pour la prédiction de la

conductivité thermique apparente des milieux poreux. Par ailleurs, une étude sur les effets de contraintes mécaniques sur le calcul de la conductivité thermique apparente sera abordée.

2.2 Généralités : équation de la chaleur

Le transfert thermique à travers un milieu s'effectue selon trois modes de transfert : conduction, convection, et rayonnement. Dans ce mémoire, nous nous intéresserons exclusivement au transfert thermique par conduction, ainsi nous négligerons les autres modes de transfert. Par définition, le transfert thermique par conduction au sein d'un milieu s'effectue sans déplacement de la matière sous la seule influence de la différence de température entre deux zones. La théorie de la conduction repose sur la loi de Fourier : la densité du flux est proportionnelle au gradient de la température :

$$\vec{\phi} = -\lambda \vec{\text{grad}}(T) \quad (2.1)$$

La conservation de l'énergie dépend étroitement des propriétés thermophysiques : la conductivité thermique, la diffusivité thermique, et la géométrie du milieu. Le transfert de chaleur dans un solide opaque, homogène, sans terme de source, et isotrope se traduit par l'équation suivante :

$$\frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla^2 T \quad (2.2)$$

Tel que : a représente la diffusivité thermique qui n'est qu'une fonction de λ (conductivité thermique) et ρC_p (chaleur volumique). Pour résoudre l'équation de chaleur de n'importe quel milieu il est indispensable de connaître ces 2 paramètres.

La conductivité thermique et la chaleur volumique sont des propriétés caractérisant le transfert thermique des milieux. Dans ce mémoire, nous nous intéresserons aux mesures de propriétés thermiques notamment de la conductivité thermique des milieux granulaires. Les mesures de cette dernière est souvent complexe car elle dépend de plusieurs paramètres. En effet, nous avons vu dans le chapitre 1 les propriétés du milieu à considérer :

- Un milieu poreux constitué d'une phase solide et d'une phase gazeuse avec une porosité ouverte et/ou fermée.
- Un ensemble de particule de forme aléatoire ou bien définie.
- Existence de surface de contact entre les particules.

La conductivité thermique apparente doit prendre en compte certains paramètres tels que la conductivité thermique de chaque phase, leur fraction volumique, la structure de la matière solide, et les zones de contacts entre particules. Beaucoup de méthodes de mesures de

la conductivité thermique apparente ont été développées faisant appel aux techniques de traitement de signal, mesure de flux injectés, et l'utilisation des sondes de mesures.

2.3 Méthodes de mesures de la conductivité thermique

Des avancées importantes sont apparues récemment dans le domaine des techniques expérimentales de mesure de la conductivité thermique. Pour accéder à cette mesure, il est généralement nécessaire de recourir à des techniques d'excitation, fondées sur la méthodologie suivante. Une des faces (parfois tout l'échantillon) de l'échantillon à étudier est soumise à un flux thermique d'une durée dépendant de la nature du milieu étudié. Un suivi de l'évolution de la température en fonction du temps permet alors de déduire la conductivité thermique. La relation liant la variation de la température et l'évolution du temps dépend du modèle thermique utilisé pour identifier cette dernière.

Le choix d'une méthode de mesures de la conductivité thermique dépend de certains paramètres. En effet, lorsque le choix de la combinaison matériau-précision se pose de manière précise, de nombreux paramètres sont à prendre en compte :

- Le type de produit : milieu granulaire, milieu semi-infini.
- Le type de régime thermique car il peut être stationnaire, transitoire, ou quasi établi.
- Le type de forme géométrique du milieu (2D, 3D, axisymétrique, ...)
- Les dimensions et les rapports de dimensions.
- La simplicité de la méthode.
- Les tolérances (ou précisions) de certains paramètres.
- ...

Ce paragraphe souligne certaines méthodes dédiées à la mesure de la conductivité thermique d'un milieu. Afin de classer les méthodes de mesures, les définitions de l'excitation et le temps temporel s'imposent. Ces derniers paramètres nous permettent de distinguer les méthodes entre elles [41]. En première analyse, l'excitation repose sur deux méthodes : Les méthodes photothermiques [42], et les méthodes électrothermiques[43] . Une deuxième distinction entre différentes méthodes s'appuie sur la définition du régime thermique temporel du milieu. Ainsi nous pouvons faire référence à deux classes :

Les mesures stationnaires, et instationnaires.

2.3.1 Les méthodes en régime stationnaire

Ces méthodes sont conçues pour mesurer les conductivités thermiques des milieux isolants [44]. Elles consistent à supposer le milieu en équilibre thermique, et soumis à un flux stationnaire en fonction du temps. Le principe de mesure repose sur l'exploitation des mesures de la température en divers points du milieu, ainsi en s'appuyant sur la loi de Fourier et les conditions aux limites nous pouvons déterminer les grandeurs physiques du milieu. Le champ d'application de ces méthodes est limité. Dans la littérature, on peut citer certaines méthodes : la méthode de la plaque chaude gardée [45], la méthode de la barre [46], la méthode des boîtes [47], et la méthode du flux radial [48]. D'une façon générale, ces méthodes de mesure présentent des difficultés expérimentales tel que :

- L'existence de résistance de contact.
- Les fuites axiales et radiales.
- Les difficultés de mesure de la température surtout celles de la surface.

Ces méthodes de mesure ne sont pas destinées à mesurer toutes les grandeurs physiques. En effet, avec ces méthodes seules la conductivité thermique et la résistance de contact sont mesurées, limitant ainsi leurs champs d'application.

Méthode de la plaque chaude gardée [49]

C'est une expérience en régime permanent (ISO 8302) où l'on impose à un échantillon plan un flux de chaleur unidirectionnel, et on mesure la différence de température aux bornes de l'échantillon. Cette méthode repose sur l'utilisation d'une plaque de faible épaisseur par rapport aux dimensions traverses de l'échantillon. Le dispositif expérimental est schématisé sur la figure 2.1. Dans la méthode de la plaque chaude gardée, on utilise une garde active pour minimiser les pertes latérales aux extrémités de l'échantillon (conditions aux limites). Le transfert est unidirectionnel et est assuré par un enroulement résistif. A l'aide de thermocouples disposés de part et d'autre de l'échantillon étudié, la température est ainsi mesurée.

Le modèle et la méthode d'identification sont élémentaires puisque basés sur le transfert unidirectionnel en régime permanent tel que :

$$T_1 - T_2 = R\phi \quad (2.3)$$

où : $R = \frac{e}{\lambda S}$

Cette technique est particulièrement adaptée à la détermination de la conductivité thermique de matériaux isolants. Ce type de méthode est difficile à mettre en œuvre et pose beaucoup de problèmes d'ordre expérimentaux comme :

- Atteindre le régime permanent qui est particulièrement long et peut atteindre une durée de 24h.
- Obtenir un flux unidirectionnel dans l'échantillon
- Mesure de ce flux et les températures avec précision

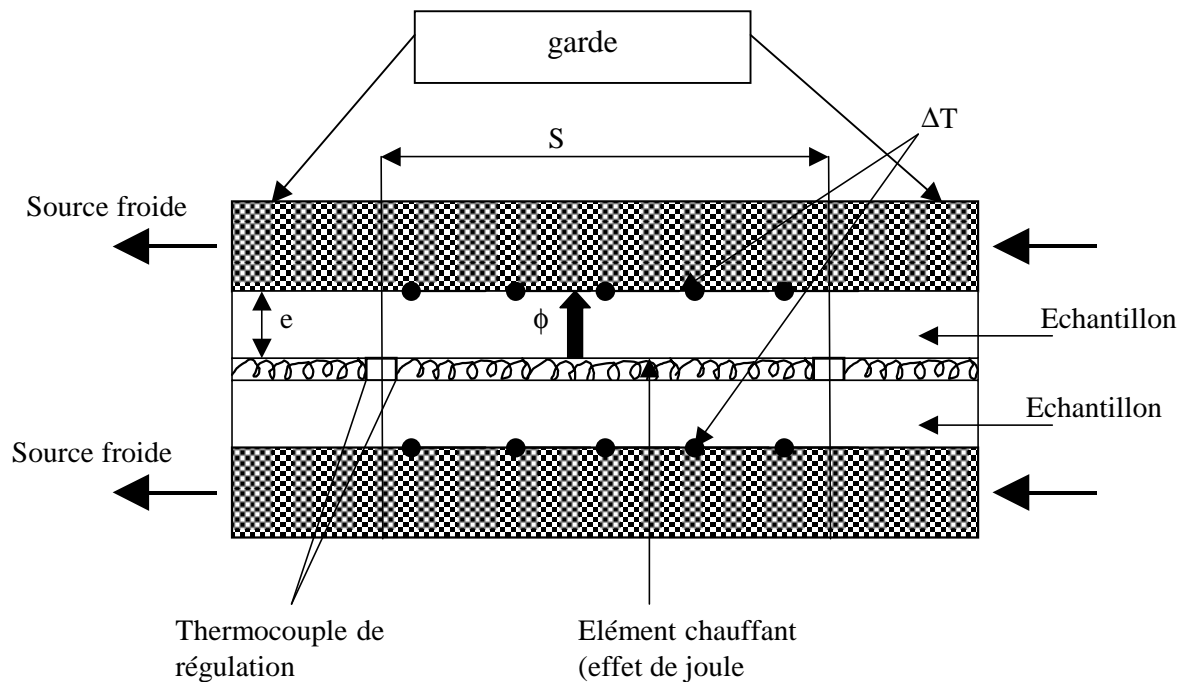


Figure 2.1 : Principe de la plaque chaude gardée

Une autre extension de cette méthode a été développée, et qui fait appel à l'utilisation de mesures du flux unidirectionnel par deux fluxmètres. La figure 2.2 montre en exemple des mesures du flux traversant l'échantillon donné par la moyenne du flux entrant et sortant.

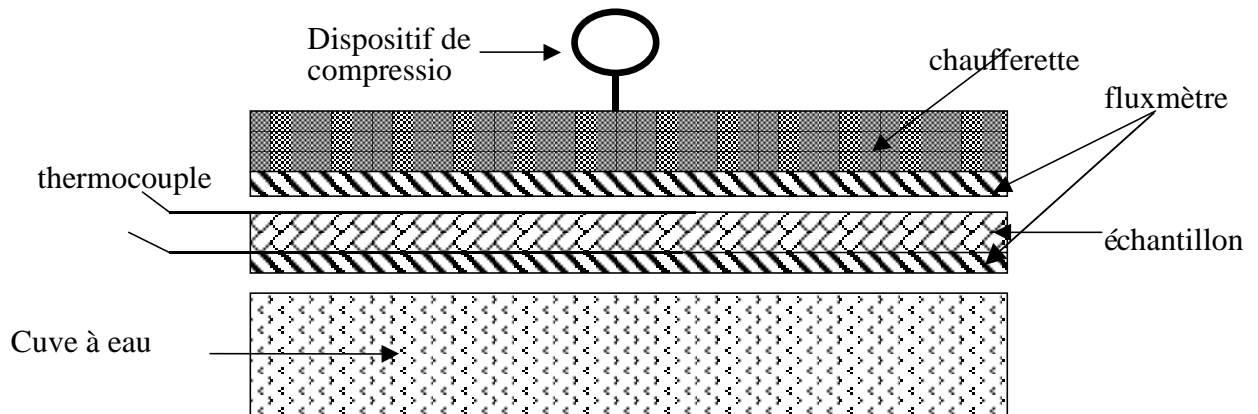


Figure 2.2 : Mini-plaque chaude avec fluxmètres

2.3.2 Les méthodes instationnaires

Le champ de leur application est très vaste, grâce à plusieurs avantages : mesures directes des paramètres thermophysiques du milieu, la durée d'excitation thermique est courte, et elles sont faciles à mettre en oeuvre. Les mesures de la conductivité thermique par les méthodes instationnaires consistent à exploiter des signaux de températures répartis dans un milieu en régime transitoire. Le principe de mesure s'appuie sur un modèle développé à partir de l'équation de conservation de l'énergie qui permet de trouver une relation directe entre les paramètres d'entrée et les grandeurs mesurées.

Ces méthodes constituent un progrès incontestables dans la caractérisation thermophysique des milieux et donnent de bons résultats de mesures. En contreparties de ses bons résultats, ces méthodes présentent un défaut dû à un grand nombre de limitations liées aux difficultés d'analyse des données obtenues, problème de mise au point de matériaux à étudier, et au problème de l'évaluation de la précision de la méthode.

De nombreuses méthodes instationnaires ont vu le jour pour les mesures de la conductivité thermique, nous pouvons citer : méthode fil chaud [50, 51], plan chaud [52, 53], ruban chaud [54,55], pastille chaude [54], et Hot Disk [55, 56]. On propose dans le paragraphe suivant les méthodes sélectionnées pour assurer des mesures précises de la conductivité thermique d'un milieu granulaire. Ces méthodes sont les méthodes du fil chaud, et du hot Disk.

2.3.2.1 Méthode du fil chaud

Sa rapidité, sa facilité de mise en oeuvre, et son coût peu élevé, en font la méthode de caractérisation la plus connue et la plus utilisée par le monde industriel. A l'origine, cette méthode fut développée pour l'étude de la conductivité thermique de liquide. Elle fut étendue

par la suite à la caractérisation de milieux solides et aux milieux poreux [57]. Le principe expérimental est particulièrement simple : on place un fil métallique entre deux blocs du matériau à étudier pour les matériaux solides et dans une enceinte fermée pour les gaz et les liquides. Le fil est relié à une alimentation électrique qui lui fournit un échelon de puissance. La mesure consiste à relever au cours du temps soit l'élévation de température soit la variation de résistance électrique, du fil (figure 2.3).

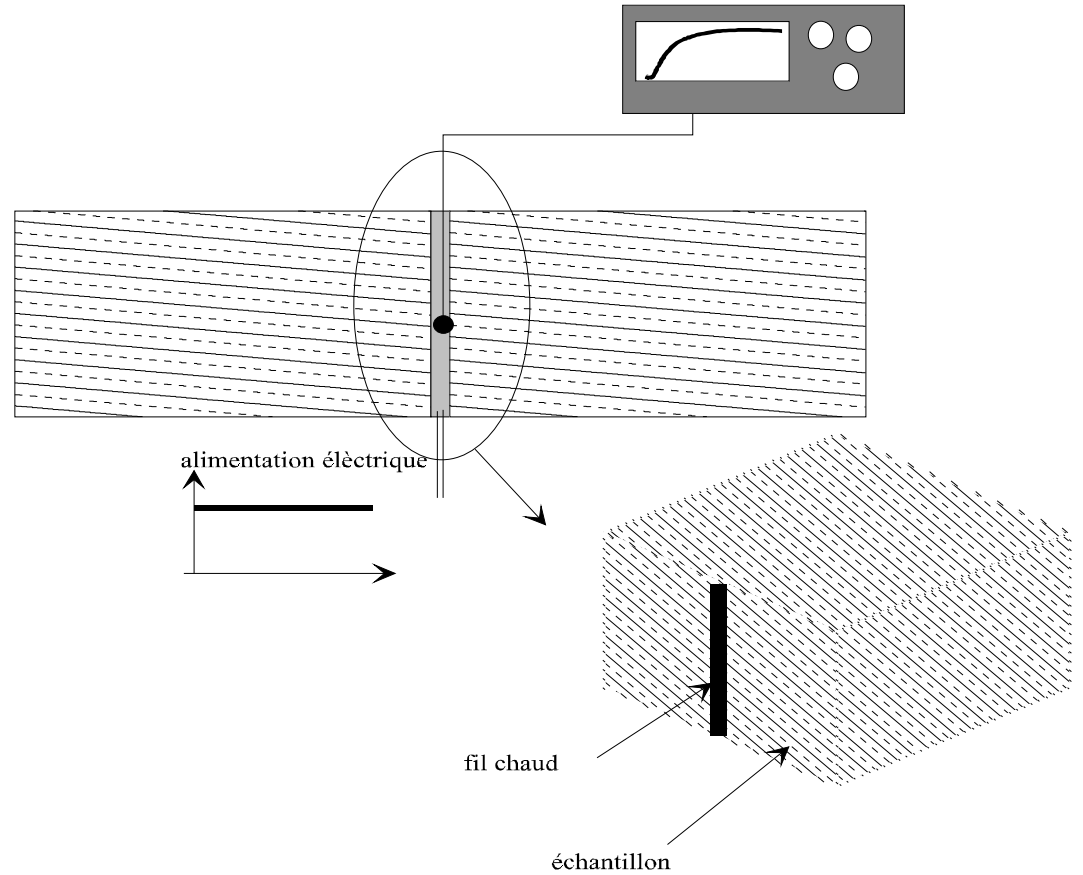


Figure 2.3 :Dispositif expérimental du fil chaud

Dans le cadre d'une modélisation simple du phénomène, on considère un fil infiniment long produisant une densité source de chaleur radiale, appliquée à l'instant initial. On suppose que l'énergie est dissipée uniquement par conduction. L'échantillon est de dimensions infinies et ses propriétés thermophysiques sont constantes. L'équation de la chaleur en coordonnées cylindriques s'écrit :

$$\left(\frac{\partial^2 T(r,t)}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T(r,t)}{\partial r} \right) = \frac{1}{a} \frac{\partial T(r,t)}{\partial t} \quad (2.4)$$

Les conditions aux limites sont:

$$\begin{aligned} -r = 0 & \quad -\lambda \frac{\partial T(r,t)}{\partial r} = Q \\ -r \rightarrow \infty & \quad T(r,t) = T_o \end{aligned}$$

Les conditions initiales sont :

$$-t = 0 \quad T(r, 0) = T_o$$

Il vient la solution suivante :

$$T(r,t) - T_o = \frac{Q}{4\pi\lambda} E_1\left(\frac{r^2}{4at}\right) \quad (2.5)$$

Où E_1 est la fonction exponentielle intégrale.

Pour des petites valeurs de $\frac{r^2}{4at}$, le développement de E_1 au voisinage r_o donne :

$$T(r,t) - T_o = \frac{Q}{4\pi\lambda} \left[\ln\left(\frac{4at}{r_o^2}\right) + \frac{r_o^2}{4at} + \dots \right] \quad (2.6)$$

Aux temps longs il vient :

$$T(r,t) - T_o = \frac{Q}{4\pi\lambda} \ln(t) + \frac{Q}{4\pi\lambda} \ln\left(\frac{4a}{r_o^2 C}\right) \quad (2.7)$$

Le thermogramme, aux temps longs, est une droite en fonction du logarithme du temps, dont la pente est inversement proportionnelle à la conductivité thermique. Cette dernière est ainsi estimée grâce à une simple régression linéaire.

Si la simplicité de la méthode est à souligner, quelques difficultés apparaissent pour améliorer le traitement de la mesure. L'inertie du fil et la résistance de contact entre l'échantillon et la sonde peuvent engendrer des erreurs significatives. Une modélisation complète du système a été proposée et elle montre qu'au premier ordre seul les effets conductifs interviennent, mais qu'au second et troisième ordre interviennent également la résistance de contact et l'inertie de la sonde [58].

Pour tenir compte du transfert thermique au sein du fil, il est nécessaire de maîtriser la géométrie de la sonde. En général ceci est difficilement réalisable si l'on veut concilier finesse, cylindricité du fil et réalisation technologique. Pour l'étude de matériaux particulièrement isolants, de forts gradients de température peuvent influencer sur la linéarité de la mesure.

Un facteur limitant de cette méthode est l'hypothèse de milieu semi-infini faite sur l'échantillon. En effet, même si de faibles épaisseurs suffisent pour des milieux isolants, on peut difficilement être au delà de l'échelle centimétrique, ce qui limite considérablement le champ d'application.

Pour la caractérisation du fluide liquide ou gazeux, divers travaux ont été menés pour améliorer cette méthode en apportant des corrections prenant en compte des effets convectifs, radiatifs, les propriétés thermophysiques et géométriques du fil.

Diverses extensions de cette méthode sont apparues, notamment les dispositifs de sonde à choc pour la caractérisation de matériaux solides. Ces derniers sont basés sur le même principe de mesure, mais la forme du fil change, il s'agit d'un cylindre chauffant particulièrement adapté à la mesure in situ, par exemple pour l'étude des sols [59]. L'influence du comportement thermique de la sonde est difficilement négligeable, et des méthodes similaires utilisant des sondes à faible inertie thermique, ont été développées.

Pour palier aux effets importants de la résistance de contact entre la sonde à choc et le matériau étudié, une solution avec deux tiges a été proposée [60]. Il s'agit de perturber l'échantillon de la même manière que précédemment. La différence se situe au niveau de la mesure en température qui se fait sur une deuxième tige située à une distance connue du système chauffant.

2.3.2.2 *Méthode du Hot Disk [61]*

Cette technique s'intéresse à la mesure simultanée de la conductivité thermique, et de la diffusivité thermique et donne par déduction la capacité thermique des matériaux. Le dispositif expérimental est simple de mise en œuvre. Une sonde (figure 2.4) composée d'une résistance thermique est placée en sandwich entre deux parties de l'échantillon à étudier. Cette méthode repose sur un modèle qui considère la sonde sous forme d'anneaux sources concentriques (avec un rayon noté r_s). La profondeur de pénétration du flux d_{pen} joue un rôle déterminant pour l'estimation de propriétés thermophysiques du milieu, et définie par l'équation suivante :

$$d_{pen} = c_1 \sqrt{t_{exp} \lambda} \quad (2.8)$$

où c_1 est une constante, et t_{exp} est la durée de l'excitation thermique.

Le milieu (supposé cylindrique de rayon r) étudié est supposé semi-infini par rapport à la sonde. Durant la partie initiale du régime transitoire, et avant que le flux de chaleur

n'atteigne les bords de l'échantillon ($d_{pen} < r - r_s$), la conductivité thermique du matériau est évaluée à l'aide de la relation 2.9 qui lie la température moyenne enregistrée par la sonde à la puissance de chauffe et aux caractéristiques de l'échantillon.

$$T(t) = \frac{\psi V}{\pi^{3/2} r_s \lambda} f(\tau) \quad (2.9)$$

où $\tau = \sqrt{\frac{ta}{r_s^2}}$ est une grandeur sans dimension fonction du temps caractéristique de l'élément

Hot Disk. La fonction $f(\tau)$ décrit la situation quand l'échantillon a une prolongation limitée dans la direction perpendiculaire à la sonde [61, 62]

Pour les temps longs ($t > (r - r_s)^2 / \lambda$), et en supposant l'absence totale de pertes thermiques, la température du milieu étudié devient une fonction linéaire du temps (équation 2.10), et la chaleur volumique est identifiable facilement [62].

$$T(t) = K_a + \frac{\phi t}{\rho C_p} \quad (2.10)$$

Pour la réalisation expérimentale (figure 2.4) de cette méthode, la sonde est toujours sous forme de spirale double. La mesure de la variation de la résistance interne de l'élément chauffant permet de remonter directement à la température :

$$R(t) = R_0 (1 + c \Delta T(t)) \quad (2.11)$$

c : est une constante.

La difficulté qui apparaît lors de l'utilisation de cette méthode est d'avoir d'avance une idée sur les caractéristiques thermophysiques du milieu. En effet, la connaissance grossière du matériau étudié (géométrie, conductivité thermique) permet de prédire la profondeur de pénétration et ainsi de choisir le type de sonde et la puissance de chauffe adéquats pour une mesure au plus juste. Les durées d'expériences sont donc optimisées et dépendent étroitement du type du matériau (isolant, conducteur).

La méthode donne de bons résultats pour les estimations de la conductivité thermique. Par contre, cette méthode n'est pas très fiable pour l'estimation de la chaleur volumique, car le calcul de cette dernière dépend fortement des conditions opératoires citées précédemment.

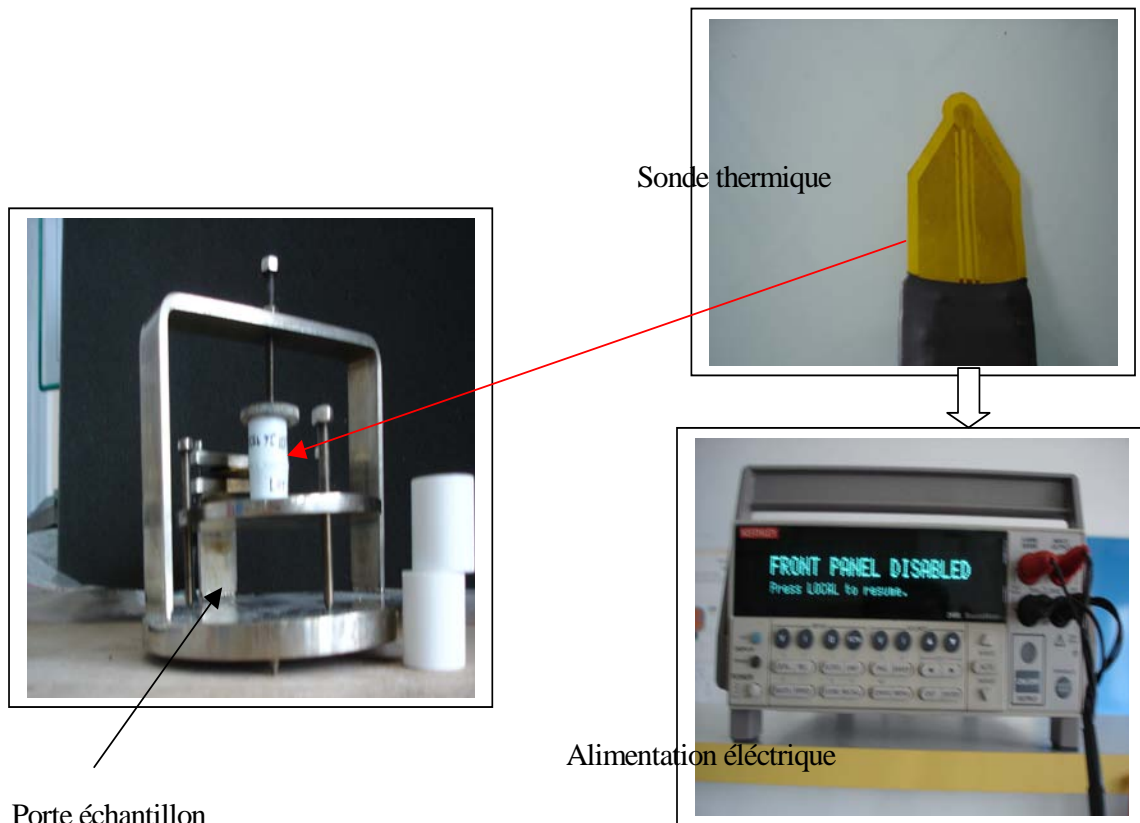


Figure 2.4 : Dispositif expérimental de la méthode du Hot Disk

2.3.2.3 Choix d'une classe de mesure

Notre préoccupation est de trouver une méthode fiable pour la caractérisation thermique des milieux granulaires. La technique choisie se voudra rapide, et précise. Le choix de la méthode de mesure reste un choix ouvert, mais il faudra nécessairement adapter la méthode choisie en fonction de l'aspect physique du milieu et des moyens disponibles dans notre laboratoire. L'aspect granulaire du milieu étudié présente une première limite de l'utilisation des méthodes stationnaires. Pour utiliser les méthodes stationnaires, nous pouvons utiliser des milieux sous forme de compacts, mais cela entraîne une grande difficulté de réalisation de compacts de grands dimensions. Notre intérêt se portera alors tout naturellement vers des méthodes instationnaires pour un gain de temps appréciable et une facilité de mise en oeuvre de l'échantillon. Le travail présenté dans la suite de ce mémoire, permettra de proposer des méthodes respectant les bases de ces techniques de mesures existantes, et valables pour des milieux granulaires consolidés et dispersés.

2.4 Conductivité thermique des milieux poreux

A partir de la résolution de l'équation de l'énergie, beaucoup de modèles de calculs de la conductivité thermique ont été développés. L'intérêt de ce paragraphe consiste à exposer une liste exhaustive des modèles de la littérature qui peuvent donner de bons résultats pour le calcul de la conductivité thermique apparente des milieux granulaires.

Les modèles décrits dans la littérature sont des outils de prédictions développés afin d'appréhender les mécanismes de transfert thermique dans les milieux granulaires. Ces modèles devraient permettre la prise en compte des petits échelles (forme de particules, zones de contact) et des grands échelles (conditions aux limites, porosité). La problématique est multiple : d'une part, il faut développer des modèles faisant intervenir des phénomènes physiques différents (transfert/condensation, loi de contact entre particules, conduction, et convection), vérifier la microstructure du milieu (taille, forme des particules) et enfin étudier l'état des constituants du milieu (phase conductrice).

Il existe un panel important de modèles de calcul de la conductivité thermique apparente dans un milieu granulaire. Notre objectif étant ici de présenter succinctement quelques-uns. Cette famille de modèles recouvre en réalité deux grands types d'approches d'une part par analogie électrique, d'autre part par une résolution exacte de l'équation de chaleur.

Il paraît nécessaire de préciser que les modèles que nous proposerons ne concernent que les milieux granulaires diphasiques. La phase solide est constituée d'une seule phase représentée par des particules solides. Par ailleurs, la fluide est représentée par des pores remplis exclusivement avec de l'air.

2.4.1 *Limites des valeurs de la conductivité thermique apparente du milieu*

Avant de citer les modèles qui peuvent calculer la conductivité thermique, il est nécessaire de noter que quel que soit le modèle utilisé, la conductivité thermique du milieu est toujours comprise entre deux valeurs extrêmes. La borne inférieure (modèle série, figure 2.5) correspond à un milieu où le vecteur densité de flux de chaleur est perpendiculaire aux strates.

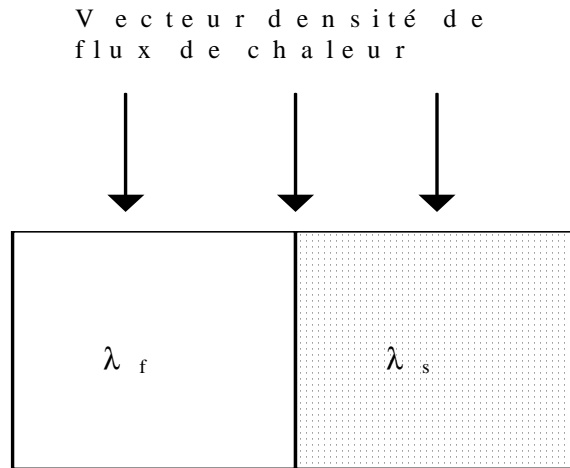


Figure 2.5 : Modèle série

La conductivité thermique apparente du milieu s'écrit :

$$\lambda_{\text{série}} = 1 / \left(\frac{\varepsilon}{\lambda_f} + \frac{\alpha}{\lambda_s} \right) \quad (2.12)$$

La borne supérieure (figure 2.6, modèle parallèle) correspond à une disposition des strates parallèlement à la direction de la densité du flux de chaleur.

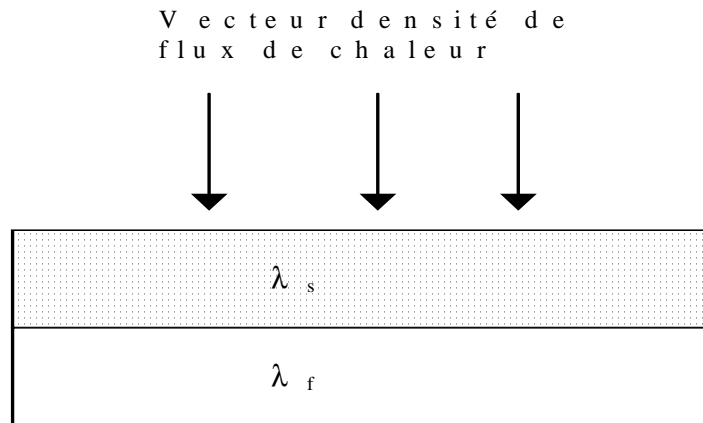


Figure 2.6 : Modèle parallèle

La conductivité thermique apparente du milieu s'écrit :

$$\lambda_{\text{parallèle}} = \alpha \lambda_s + \varepsilon \lambda_f \quad (2.13)$$

La conductivité thermique apparente dépend étroitement du rapport entre λ_s et λ_f (figure 2.7). Pour $\frac{\lambda_s}{\lambda_f} \rightarrow \infty$ l'équation 2.11 donne $\lambda_{app} \rightarrow \alpha \lambda_s$ pour le modèle parallèle, ainsi pour le modèle série, contrairement lorsque $\frac{\lambda_s}{\lambda_f} \rightarrow 0$ nous trouverons $\lambda_{app} \rightarrow \varepsilon \lambda_f$ pour le

modèle parallèle, et $\lambda_{app} \rightarrow \frac{\lambda_s}{1-\varepsilon}$. L'analyse de ces résultats nous permet de conclure que la conductivité thermique apparente est gouvernée par la phase solide pour le modèle parallèle, et par la phase fluide pour le modèle série [63].

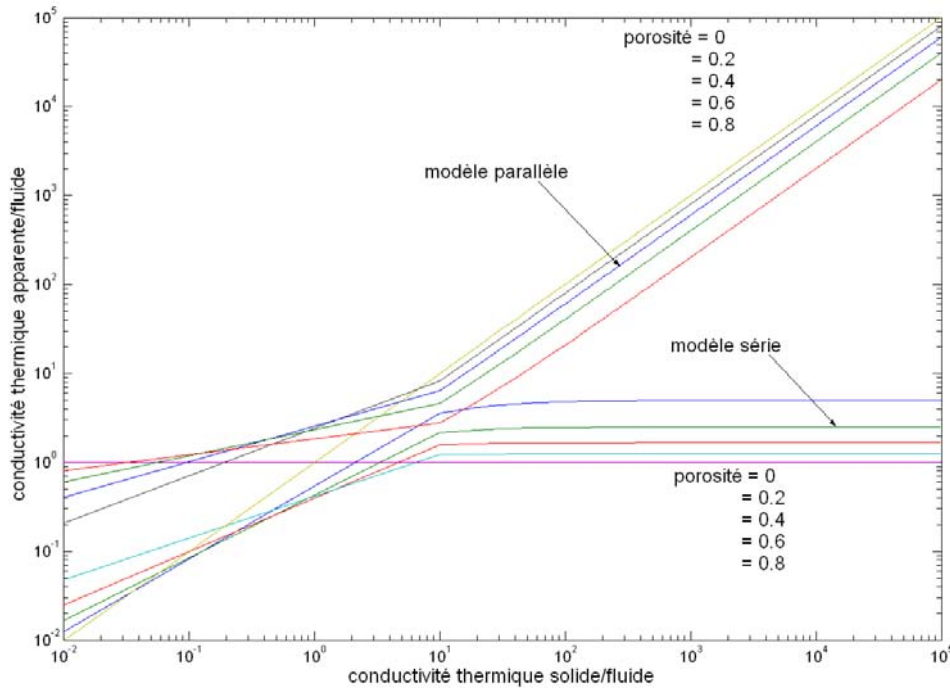


Figure 2.7 : Conductivité thermique apparente en fonction du rapport conductivité thermique de la phase solide/fluide.

2.4.2 Modèles de type Maxwell

Ces modèles concernent les milieux où l'empilement des particules est régulier. La phase solide est supposée discontinue, noyée dans une phase fluide continue. A partir de ce modèle, beaucoup de chercheurs ont développé plusieurs modèles qui s'appuient sur les mêmes principes que Maxwell [64].

2.4.2.1 Modèle de Maxwell

Maxwell fait parti des premiers chercheurs qui se sont intéressé au calcul de la conductivité thermique des milieux poreux. Pour aboutir à l'estimation de cette dernière, il a supposé que le milieu granulaire est constitué de plusieurs particules sphériques de même diamètre D_p . Ce modèle de calcul concerne les milieux granulaires de forte porosité. Les particules sont séparées d'une distance, et il n'y pas d'interaction mutuelle entre deux particules, par conséquent le milieu est fortement dilaté (pas de contact entre les particules).

La densité de flux de chaleur dans le milieu s'écrit :

$$\langle q \rangle = \varepsilon \langle q_f \rangle^f + \alpha \langle q_s \rangle^s \quad (2.14)$$

Avec $\langle q_f \rangle^f$ et $\langle q_s \rangle^s$ étant respectivement les moyennes intrinsèques des densités de flux de chaleur dans les phases continues (phase fluide) et discontinues (phase solide) :

$$\langle q_s \rangle^s = \frac{1}{V_s} \int_{V_s} (-\lambda_s \nabla T_s) dV = -\lambda_s \langle \nabla T_s \rangle^s \quad (2.15)$$

$$\langle q_f \rangle^f = \frac{1}{V_f} \int_{V_f} (-\lambda_f \nabla T_f) dV = -\lambda_f \langle \nabla T_f \rangle^f \quad (2.16)$$

Où V_c et V_d sont les volumes occupés respectivement par la phase continue et discontinue.

La densité de flux de chaleur moyenne peut être exprimée en fonction de la conductivité thermique apparente du milieu :

$$\langle q \rangle = -\lambda_{app} \left[\varepsilon \langle \nabla T_f \rangle^f + \alpha \langle \nabla T_s \rangle^s \right] \quad (2.17)$$

Dans le cas d'une sphère unique placée dans un milieu où le gradient de température à l'infini $\langle \nabla T_f \rangle_\infty^f$ est constant, on démontre que le gradient de température à l'intérieur de la sphère est constant et vaut :

$$\langle \nabla T_s \rangle^s = \frac{3\lambda_f}{2\lambda_f + \lambda_s} \langle \nabla T_f \rangle_\infty^f \quad (2.18)$$

En confondant $\langle \nabla T_f \rangle^f$ et $\langle \nabla T_f \rangle_\infty^f$, l'application des relations précédentes conduit à l'expression de la conductivité thermique du milieu donnée par Maxwell :

$$\lambda_{app} = \frac{\varepsilon \lambda_f (2\lambda_f + \lambda_s) + 3\alpha \lambda_s \lambda_f}{\varepsilon (2\lambda_f + \lambda_s) + 3\alpha \lambda_f} \quad (2.19)$$

2.4.2.2 *Modèle de Hamilton [65]*

Le modèle de Hamilton est une extension du modèle de Maxwell. Il concerne les particules de forme aléatoire. Pour prendre en compte cette diversité de forme, Hamilton introduit un facteur géométrique ψ appelé sphéricité faisant référence à la géométrie sphérique. Ce coefficient est défini par le rapport de la surface de la sphère hypothétique, ayant le même volume que la particule en question, sur la surface de cette dernière. La conductivité thermique apparente du milieu est donnée par l'expression suivante :

$$\frac{\lambda_{app}}{\lambda_f} = \frac{\lambda_s + (n_h - 1)\lambda - (n_h - 1)\varepsilon(\lambda_f - \lambda_s)}{\lambda_s + (n_h - 1)\lambda_f + \alpha(\lambda_f - \lambda_s)} \quad (2.20)$$

avec $n_h = 3/\psi$

Pour $\psi = 1$ (particules sphériques) le modèle de Hamilton est identique au modèle de Maxwell.

2.4.2.3 Modèle de De Vries [66]

Ce modèle a été mis au point pour le calcul de la conductivité thermique des sols humides. Basé sur le même principe que le modèle de Maxwell, De Vries considère un milieu (sol) saturé avec un seul fluide, et la phase solide est supposée formée de particules ellipsoïdales, dispersées dans un milieu fluide continue. La conductivité thermique du milieu est donnée par l'expression suivante :

$$\lambda_{app} = \frac{\varepsilon\lambda_f + \alpha G\lambda_s}{\varepsilon + \alpha G} \quad (2.21)$$

Avec

$$G = 1/3 \sum_{i=1}^3 \left[1 + \left(\frac{\lambda_s}{\lambda_f} - 1 \right) g_i \right]^{-1} \quad \text{et} \quad \sum_{i=1}^3 g_i = 1 \quad (2.22)$$

Le facteur G représente le rapport des gradients moyens de température dans la matrice fluide et dans les particules solides et g_i le facteur de forme des particules. Pour $g_1 = g_2 = g_3$ l'expression de la conductivité thermique se réduit à celle de Maxwell.

2.4.3 Modèle Hashin-Shtrikman [67]

Ce modèle prend la même logique que celle des modèles série et parallèle. En effet, les deux auteurs proposent un encadrement de λ_{app} , dont les bornes sont plus restrictives que celle données par les modèles série et parallèle. Si on applique le modèle de Maxwell à un milieu poreux formé de particules solides dispersés dans une matrice fluide, on retrouve exactement l'une des bornes données par Hashin-Shtrikman. L'autre limite peut être retrouvée en considérant une matrice solide au sein de laquelle sont dispersés des pores sphériques remplis de fluide. Pour un milieu isotrope, et $\lambda_s > \lambda_f$, la conductivité thermique apparente s'écrit alors :

$$\frac{\lambda_{app_{min}}}{\lambda_f} = \frac{\lambda_s}{\lambda_f} + \frac{\varepsilon}{\frac{1}{1 - \lambda_s/\lambda_f} + \frac{\alpha}{3\lambda_s/\lambda_f}} \quad (2.23)$$

$$\frac{\lambda_{appmax}}{\lambda_f} = 1 + \frac{\alpha}{\frac{1}{\lambda_s/\lambda_f - 1} + \frac{\varepsilon}{3}} \quad (2.24)$$

2.4.4 Modèles des milieux périodiques

Le principe de l'analogie électrique est bien connu et depuis longtemps utilisé. La résistance thermique équivalente d'une structure hétérogène, et par conséquent la conductivité effective, peut être calculée avec les lois de composition des résistances électriques disposées en série ou en parallèle par analogie avec la résistance électrique équivalente. Cette analogie n'est rigoureusement applicable que dans les deux cas extrêmes pour lesquels les isothermes ou les lignes de flux sont toutes parallèles entre elles. Dans le principe de l'analogie électrique, l'expression de la conductivité thermique effective peut être calculée sans connaissance du champ de température et donc sans résolution de l'équation de transfert. La composition des résistances thermique a été utilisée pour traiter le cas des structures géométriques plus complexes, et qui peut s'étendre au cas des milieux granulaires. Compte tenu des surfaces de contact, ces dernières sont représentées par résistances thermiques qui s'opposent au transfert thermique dans une cellule élémentaire.

Les modèles concernent les milieux périodiques. Autrement dit, les milieux où on connaît totalement la structure. Le calcul de la conductivité thermique repose sur la discrétisation du milieu en un ensemble de cellules de base. Selon la forme de ces dernières, deux approches peuvent être utilisées :

Une première approche est basée sur l'analogie thermique, et la conductivité thermique est définie à partir de la loi d'Ohm : $\Delta T = R_{app} \phi$ et on déduit $\lambda_{app} = \frac{e}{R_{app} S}$

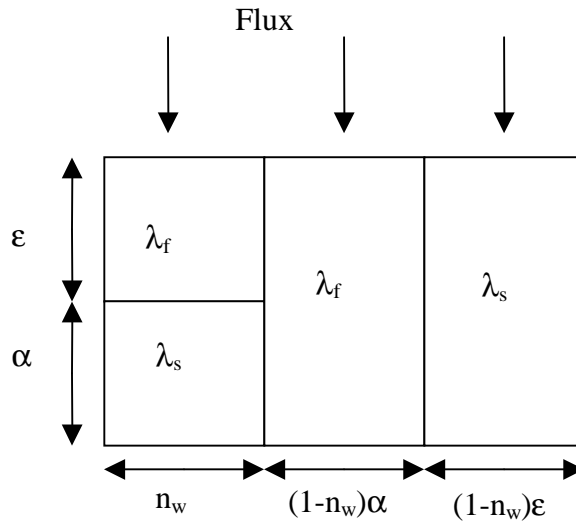
La deuxième approche, consiste à résoudre l'équation de chaleur dans la cellule de base. Le milieu peut être représenté par des successions de résistances en parallèle ou en série.

2.4.4.1 Modèle de Willy et Soutwick [68]

Le milieu poreux est supposé périodique, et chaque cellule de base est présentée par trois strates en parallèle, voir figure 2.8. La conductivité thermique de ce milieu s'écrit :

$$\lambda_{app} = \frac{n_w \lambda_s}{\varepsilon \frac{\lambda_s}{\lambda_f} + \alpha} + (1 - n_w)(\alpha \lambda_s + \varepsilon \lambda_f) \quad (2.25)$$

Figure 2.8 : Représentation schématique d'un milieu poreux selon Willy et Soutwick



2.4.4.2 Modèle Krischer [69]

Dans ce modèle, la cellule de base est constituée de trois strates : phase solide, gazeuse, et une phase constituée de solide et gaz en série. Les trois strates sont en série par rapport à la direction du flux thermique. La conductivité thermique est une fonction de deux conductivités : conductivité série et parallèle.

En régime permanent, la conductivité thermique apparente s'écrit :

$$\lambda_{app} = \frac{\lambda_{série} \lambda_{parallèle}}{n_{kr} \lambda_{série} + (1 - n_{kr}) \lambda_{parallèle}} \quad (2.26)$$

Pour un lit fixe, la valeur de $n_{kr}=0.2$ est recommandée par les auteurs.

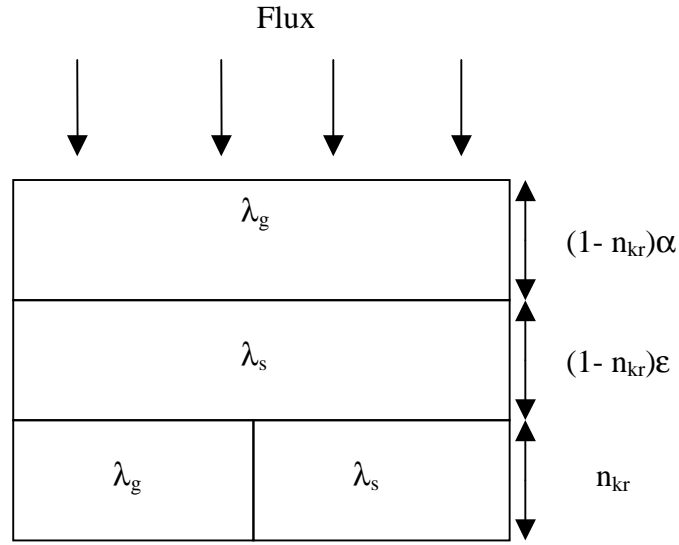


Figure 2.9 : Représentation schématique d'un milieu poreux selon Krischer

2.4.4.3 Modèle de P.L.Chaurasia, D.R.Chaudary et R.C.Bhmadari

Dans ce modèle [70], la conductivité thermique apparente est une fonction de la conductivité thermique calculée avec modèle série et parallèle, autrement dit, la conductivité apparente n'est qu'une moyenne géométrique des conductivités thermiques calculées par ces derniers modèles (figure 2.10)

La conductivité thermique s'exprime par :

$$\lambda_{app} = (D.\lambda_f + B.\lambda_s)^{n_{ch}} \left(\frac{\lambda_f \lambda_s}{A.\lambda_s + C.\lambda_f} \right) (1 - n_{ch}) \quad (2.27)$$

$$A+B+C+D=1$$

$$C+D=\varepsilon$$

$$B+D=n_{ch}$$

$$D=\varepsilon^{1.3} \text{ et } B = \frac{1}{\psi} \left(\frac{1-\varepsilon}{1+\varepsilon} \right)^3 \text{ où } \psi \text{ est la sphéricité des particules.}$$

A, B, C, D, n_{ch} fractions volumiques qui dépendent de la porosité du milieu.

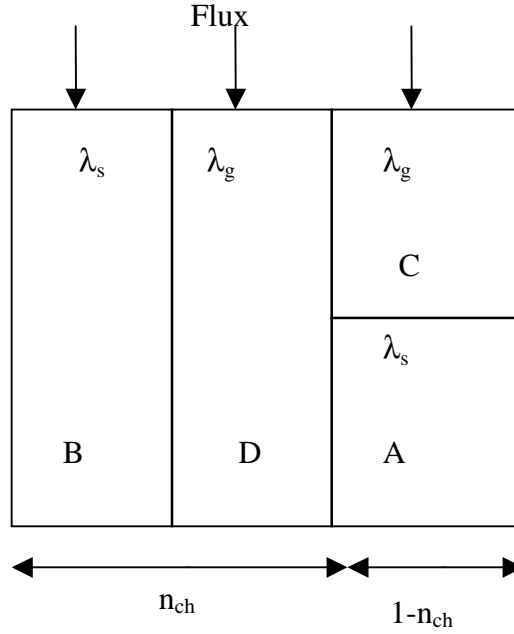


Figure 2.10 : Représentation schématique d'un milieu poreux selon P.L.Chaurasia et al

2.4.4.4 Modèle de Russel et S.Frey [71, 72]

Le milieu est représenté par des empilements cubiques régulièrement espacés et sans contact. L'approche utilisée est similaire à l'approche du modèle de Maxwell. Dans cette structure, nous pouvons distinguer deux types de cellules possibles :

Cellule de Russel : découpage en isothermes parallèles :

La conductivité thermique apparente est :

$$\frac{\lambda_{app}}{\lambda_f} = \frac{\alpha^{2/3} + \frac{\lambda_f}{\lambda_s}(1 - \alpha^{2/3})}{\alpha^{2/3} - \epsilon_d + \frac{\lambda_f}{\lambda_s}(1 - \alpha^{2/3} + \alpha)} \quad (2.28)$$

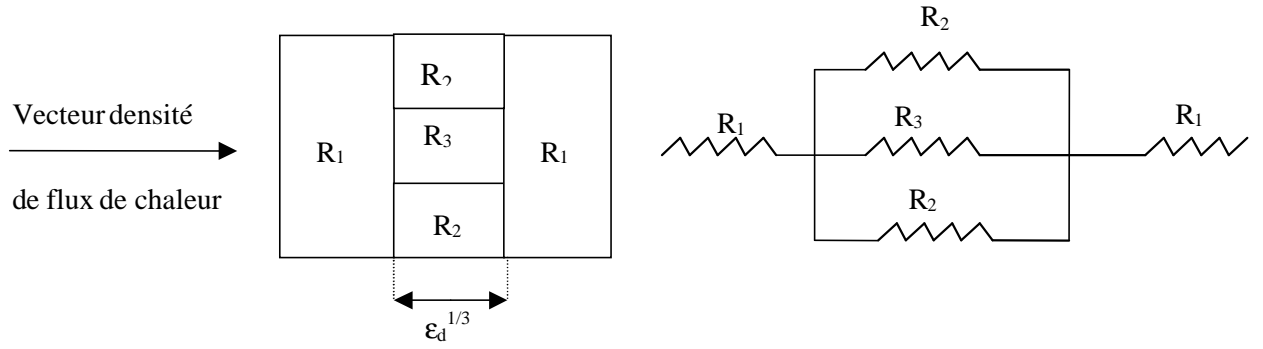


Figure 2.11 : Représentation schématique d'un milieu poreux selon Russel.

Cellule de S.Frey : découpage en tube de flux

La conductivité thermique apparente s'écrit:

$$\frac{\lambda_{app}}{\lambda_f} = \frac{(1 - \alpha^{1/3} + \alpha) + \frac{\lambda_f}{\lambda_s} (\alpha^{1/3} - \alpha)}{(1 - \alpha^{1/3}) + \frac{\lambda_f}{\lambda_s} \alpha^{1/3}} \quad (2.29)$$

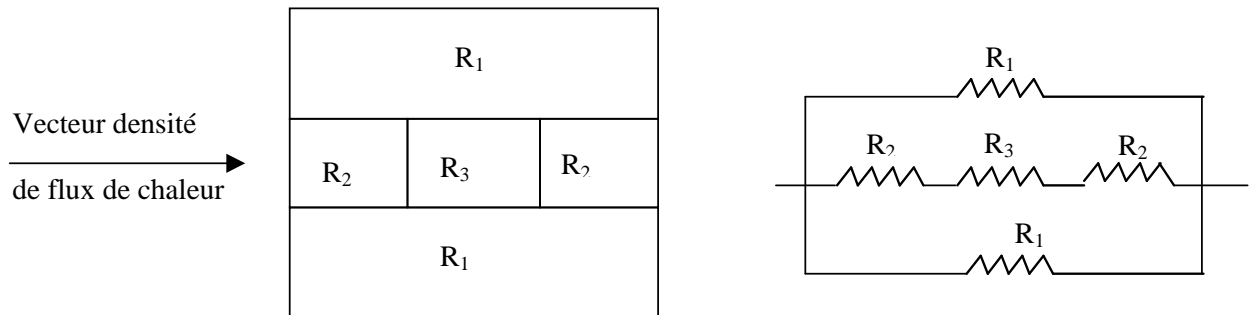


Figure 2.12 : Représentation schématique d'un milieu poreux selon Frey

2.4.5 Modèles statistiques

Ces modèles reposent sur une description statique d'un tel milieu poreux, qui peut être construit d'une manière aléatoire, en admettant une distribution statistique du nombre et/ou de la position des points de contact.

2.4.5.1 Modèle de Crane et Vachon [73]

Dans ce modèle, Crane et Vachon supposent que la conductivité thermique est comprise entre deux bornes inférieure et supérieure. Ces bornes sont définies en découpant le

milieu en des tranches parallèles, d'épaisseur inférieure à celle des particules. Pour décomposer une cellule-unité en résistances, nous procédons de deux façons :

Borne inférieure :

Nous décomposons le milieu en plaques perpendiculaire au flux de chaleur, considéré comme monodimensionnel. Les phases solides et gazeuses contenues dans chaque tube, sont considérées comme étant en parallèle, alors que les tubes sont en série (voir figure 2.13). En faisant tendre l'épaisseur des plaques vers zéro, la conductivité thermique peut être exprimée par :

$$\lambda_{app_{inf}} = \int_0^1 \frac{\lambda_s \lambda_f}{\lambda_s + (1 - \varepsilon)(\lambda_f - \lambda_s)} dx \quad (2.30)$$

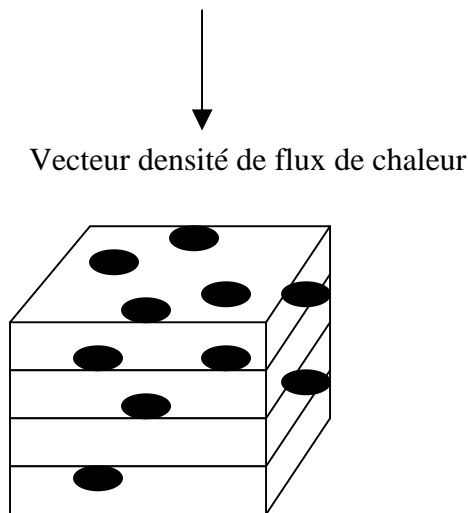


Figure 2.13 : Représentation schématique d'un milieu poreux selon Crane et Vachon (borne inférieure)

Borne supérieure

Nous décomposons le milieu en plaque de même épaisseur parallèlement à la direction du vecteur de la densité de flux de chaleur. Nous supposons que chaque plaque est un tube de flux et sa résistance thermique est équivalente à un système de deux résistances parallèles, ainsi le milieu sera décomposé en n résistance en parallèle.

La conductivité thermique apparente est :

$$\lambda_{app\sup} = \frac{1}{\int_0^1 \frac{dx}{\lambda_f + (1-\varepsilon)(\lambda_s - \lambda_f)}} \quad (2.31)$$



Vecteur densité de flux de chaleur

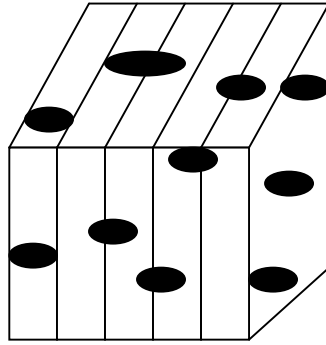


Figure 2.14 : Représentation schématique d'un milieu poreux selon Crane et Vachon (borne supérieure)

Pour évaluer ces deux intégrales (équation 2.30 et 2.31), il faut déterminer la fonction de distribution de fraction solide $f(1-\varepsilon)$, car $dx = -f(1-\varepsilon)d(1-\varepsilon)$. Crane et Vachon établissent cette fonction en la supposant une fonction gaussienne.

La difficulté pour connaître cette fonction réside dans la détermination expérimentale de la moyenne μ et de l'écart type σ .

2.4.5.2 Modèle de Zarichniak et Novikov [74]

Le milieu est présenté par un empilement aléatoire de tubes de flux. Nous supposons que chaque colonne est formée d'un empilement de n cubes en série entre eux, et un tube de flux. Les tubes de flux sont parallèles entre eux. Pour une couche contenant n cube, la conductivité thermique apparente est :

$$\lambda_{app} = \sum_{p=0}^n C_n^p \varepsilon^p (1-\varepsilon)^{n-p} \frac{n}{\frac{p}{\lambda_g} + \frac{n-p}{\lambda_s}} \quad (2.32)$$

La conductivité thermique dépend du nombre n . Pour n tendant vers l'infini, nous obtenons le modèle série, et pour $n=1$, nous obtenons le modèle parallèle.

2.4.5.3 Modèle de Jinh Huie [75]

Jinh suppose que dans un milieu poreux granulaire, le transfert à travers le milieu s'effectue selon les modes suivant :

- Transfert thermique entièrement dans la phase solide
- Transfert thermique entièrement dans la phase fluide
- Transfert thermique dans les deux phases en série

La résolution du problème repose sur une approche probabiliste, par exemple, pour le passage du flux dans la phase solide, le modèle calcule la probabilité pour qu'une ligne de flux ne rencontre que la phase solide sur une longueur. La conductivité thermique apparente est donnée par l'expression suivante :

$$\frac{\lambda_{app}}{\lambda_f} = \alpha_{jin} \frac{\lambda_s}{\lambda_f} + \beta \quad (2.33)$$

avec

$$\alpha = \alpha_{jin} \text{Exp}\left(-\frac{n}{\alpha}\right) \quad (2.34)$$

$$\beta = \varepsilon \text{Exp}\left(-\frac{n}{\alpha}\right) \frac{H^2(\varepsilon)}{\varepsilon \left[1 - \text{Exp}\left(-\frac{n}{\alpha}\right)\right]} \quad (2.35)$$

$$H(\varepsilon) = 1 - \text{Exp}\left(-\frac{n}{\varepsilon}\right) - \alpha \text{Exp}\left(-\frac{n}{\alpha}\right) \quad (2.36)$$

n : est un paramètre empirique caractérisant la géométrie des pores.

Remarque : L'intérêt général de la liste des modèles citée plus haut ne peut être que limité étant donné qu'ils ne prennent pas en compte le transfert thermique à travers les zones de contact entre les particules, qui joue un rôle principal pour le transfert thermique à travers un milieu granulaire.

2.4.6 Modèles de contact

Le premier modèle de calcul de la conductivité thermique apparente des milieux poreux qui repose sur l'implication des zones de contact est dû à Disseler et Eian [76]. Beaucoup de chercheurs [77] se sont inspirés de ce modèle pour développer des nouveaux modèles qui s'appuient sur le même principe de Disseler à savoir l'implication des zones de contact.

2.4.6.1 *Modèle Yagi et Kunii [78]*

Dans ce modèle, Yagi suppose que le transfert thermique au sein du milieu s'effectue par conduction dans le fluide situé dans les pores ainsi que dans la couche fluide entourant les points de contact entre les particules. La conductivité thermique apparente s'écrit comme suivant :

$$\frac{\lambda_{app}}{\lambda_f} = \varepsilon_1 + \frac{(1 - \varepsilon_1)\lambda_s}{(1 - \alpha_1)\lambda_f + \alpha_1\lambda_s} \quad (2.37)$$

α_1 représente le rapport entre l'épaisseur de la couche stagnante de fluide en série avec le solide et la dimension de la cellule élémentaire, et ε_1 est donné par l'expression suivante :

$$\varepsilon_1 = \frac{\varepsilon - \alpha_1}{1 - \alpha_1} \quad (2.38)$$

Les valeurs de α_1 et ε_1 sont proposées dans la littérature.

2.4.6.2 *Modèle de Kunii et Smith [79]*

Le milieu d'étude est sous forme d'un empilement de sphères de même diamètre, où n est le nombre de contact de chaque particule. Kunii et Smith supposent que le transfert s'effectue dans la couche fluide et dans le solide au voisinage des points de contact (figure 2.15).

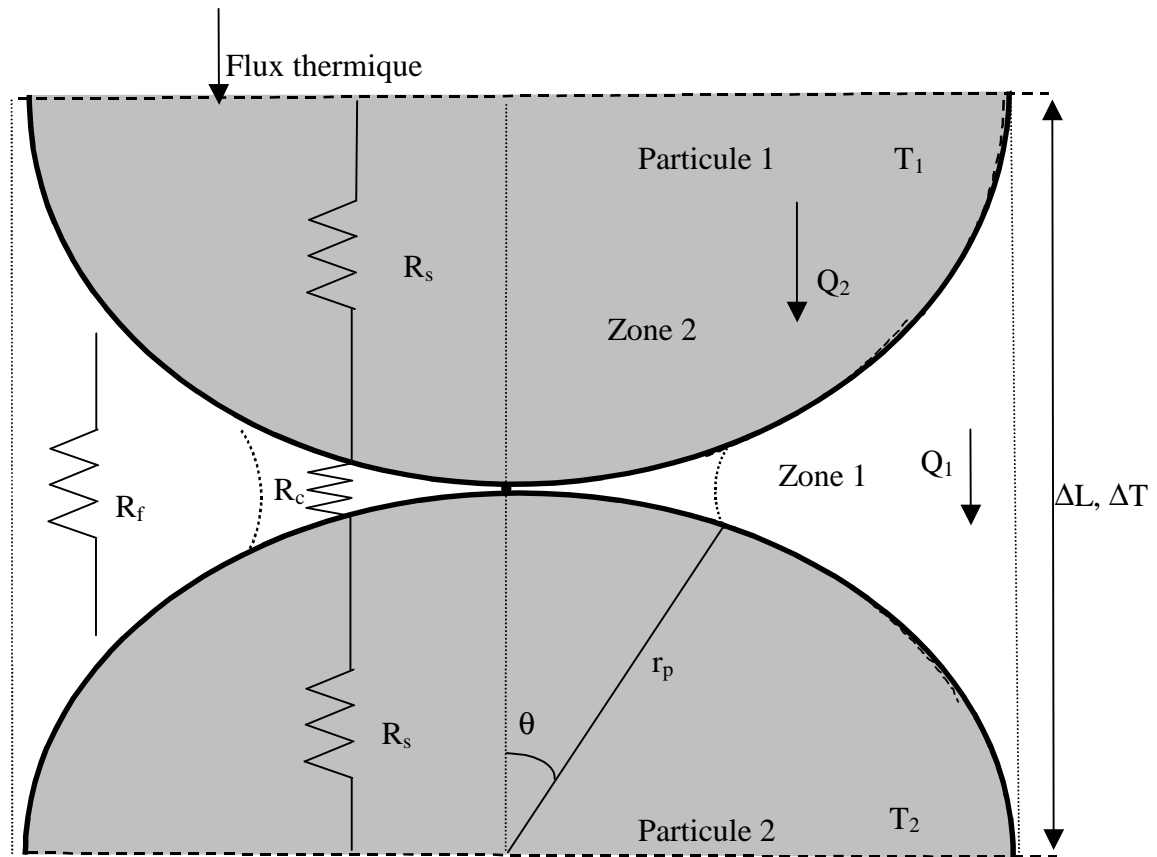


Figure 2.15 : Cellule unitaire selon Kunii-Smith

T_1 , et T_2 sont respectivement la température au centre de la particule 1 et 2

Dans le modèle de Kunii-Smith, la surface de contact est ponctuelle. Par analogie électrique, le milieu peut être représenté sous forme de résistances thermique (figure 2.16)

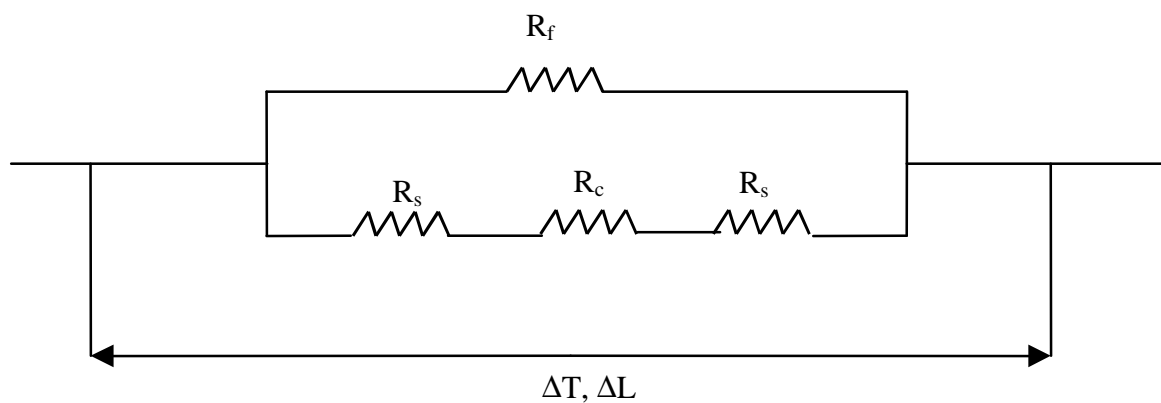


Figure 2.16 : Résistances de contact pour le calcul de la conductivité thermique apparente.

les paramètres de calcul de la conductivité thermique sont :

$$R_f = \frac{\Delta L}{\varepsilon \lambda_f}, \quad R_s = \frac{\ell_s}{\lambda_s} \cdot \frac{1}{1-\varepsilon}, \quad \text{et} \quad R_c = \frac{\ell_f}{\lambda_f} \cdot \frac{1}{1-\varepsilon},$$

$$\sin^2 \theta = \frac{1}{n} \quad (2.39)$$

R_f : résistance thermique au sein du fluide

R_s : résistance thermique au sein du solide

R_c : résistance thermique au sein du fluide qui entoure la surface de contact ponctuelle

ℓ_f : étant l'épaisseur d'une couche fluide offrant la même résistance thermique que le fluide entourant le point de contact, et ℓ_s celle du cylindre ayant le même volume que la particule sphérique :

$$\ell_s = (\frac{\pi}{6} D_P^3) / (\frac{\pi}{4} D_P^2) = \frac{2}{3} D_P \quad (2.40)$$

L'équation de la conductivité thermique apparente s'écrit :

$$\frac{\lambda_{app}}{\lambda_f} = \varepsilon + \frac{\alpha \beta}{\frac{\lambda_f}{\lambda_s} \gamma + \phi} \quad (2.41)$$

avec :

$$\beta = \Delta L / D_P, \quad \gamma = \frac{\ell_s}{D_P} \quad \text{et} \quad \phi = \frac{\ell_f}{D_P} \quad (2.42)$$

Pour les empilements denses de particules sphériques, la valeur de β est de 0.895. Pour les milieux dilatés, β est de l'ordre de l'unité. Le paramètre ϕ est une fonction de la porosité et du rapport λ_s / λ_f .

L'écriture 2.38 concerne les milieux non consolidés. Une extension de cette équation pour les milieux consolidés est développée dans l'article [80].

2.4.6.3 Modèle de Bauer et Schlünder [81]

Pour ce modèle, Bauer et Schlünder considèrent une cellule unitaire présentée dans la figure 2.17. Chaque particule est limitée par une surface fictive d'équation suivante :

$$r_p^2 + \frac{z^2}{(B - (B - 1)z)^2} = 1 \quad (2.43)$$

Avec B un facteur de déformation donné par :

$$B = c_f \left(\frac{1-\varepsilon}{\varepsilon} \right)^{\frac{10}{9}} f(\xi) \quad (2.44)$$

$f(\xi) = 1 + 3\xi$ est une fonction de distribution granulométrique. La conductivité thermique apparente d'un milieu granulaire :

$$\frac{\lambda_{app}}{\lambda_f} = (1 - \sqrt{1-\varepsilon}) \left(\frac{\varepsilon}{(\varepsilon-1) + \frac{\lambda_f}{\lambda_f^*}} + \varepsilon \frac{\lambda_R}{\lambda_f} \right) + \sqrt{1-\varepsilon} \left(\phi \frac{\lambda_s^*}{\lambda_f} + (1-\phi) \frac{\lambda_{so}^*}{\lambda_f} \right) \quad (2.45)$$

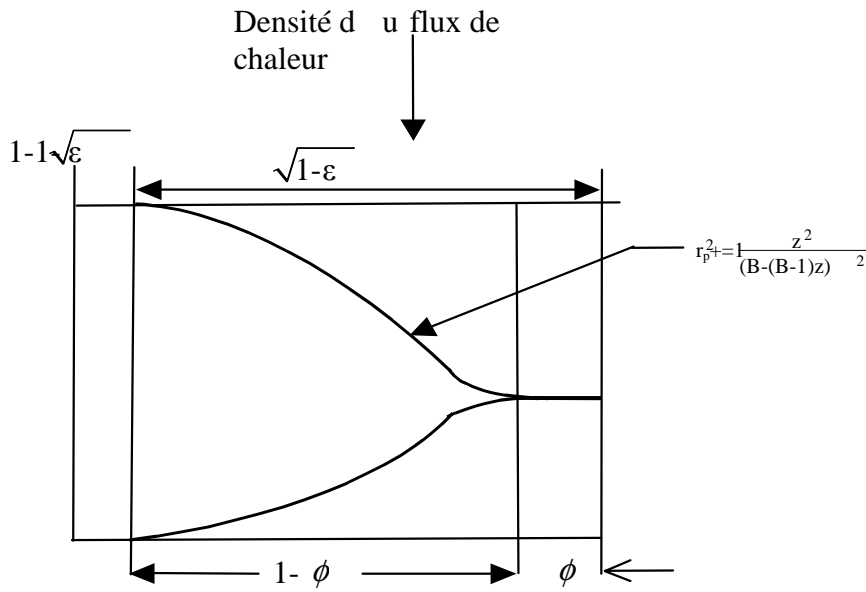


Figure 2.17 : Cellule élémentaire pour le calcul de la conductivité thermique apparente.

Pour les détails du calcul et définitions des paramètres voir [80].

2.4.6.4 Modèle de Hayashi et al [82]

Pour ce modèle, Hayashi considère la cellule unitaire sous forme d'un cylindre comprenant deux hémisphères en contact (voir figure 2.18).

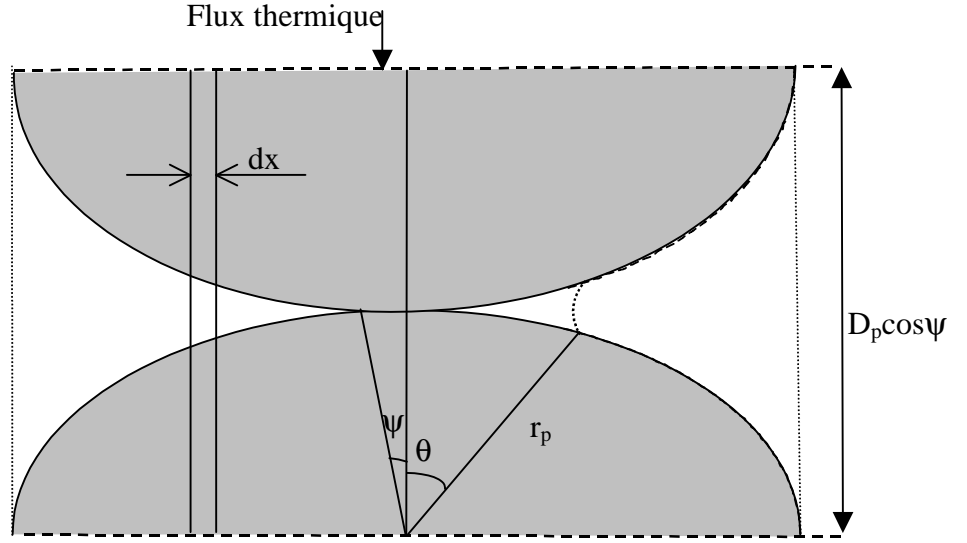


Figure 2.18 : Cellule élémentaire pour le calcul de la conductivité thermique apparente

Le transfert thermique au sein de la cellule s'effectue selon les trois modes de transfert. Le transfert thermique traverse la surface de contact et au voisinage de cette zone avec une fraction égale à $\frac{3}{2}(1-\varepsilon)$, et pour la surface gazeuse en parallèle la fraction $\frac{1}{2}(3\varepsilon-1)$.

La conductivité thermique du milieu s'écrit selon la relation suivante :

$$\lambda_{app} = \frac{1}{2}(3\varepsilon-1)(\lambda_f + \beta_1 D_p \cos \psi) + \frac{3\beta_1(1-\varepsilon)(1-\delta)\cos \psi}{2\left(1/\left(\frac{\lambda_f^*}{\phi^*} + h_{rs} D_p\right) + \frac{\cos \psi - \phi^*}{\lambda_s}\right)} \quad (2.46)$$

Pour les détails du calcul et définitions des paramètres voir [80].

Dans le but d'établir un modèle général de calcul de la conductivité thermique apparente d'un milieu granulaire, beaucoup d'auteurs ont étendu ces modèles de contact au cas de lits de particules de diamètres différents, en passant toujours par une homogénéisation du milieu (calcul d'un diamètre moyen). De même, certains auteurs ont inséré différentes types de surfaces de contacts entre deux particules [83].

Le tableau ci-dessous présente un récapitulatif de tous les modèles développés au cours de ce chapitre.

Modèle	Formules	Remarques
Parallèle	$\lambda_{app} = \sum \varepsilon_i \cdot \lambda_i$	Milieu constitué en plusieurs strates parallèles entre elles
Série	$\lambda_{app} = (\sum \varepsilon_i / \lambda_i)^{-1}$	Milieu constitué en plusieurs strates en série entre elles
Hashin-Shtrikman	$\frac{\lambda_{min}}{\lambda_f} = \frac{\lambda_s}{\lambda_f} + \frac{\varepsilon}{\frac{1}{1 - \lambda_s / \lambda_f} + \frac{\alpha}{3\lambda_s / \lambda_f}}$ $\frac{\lambda_{max}}{\lambda_f} = 1 + \frac{\alpha}{\frac{1}{\lambda_s / \lambda_f - 1} + \frac{\varepsilon}{3}}$	Le milieu est isotrope
Lichtencker	$\lambda^n = \varepsilon \lambda_f^n + \alpha \lambda_s^n$ $\lambda_{app} = \lambda_f^\varepsilon \lambda_s^\alpha$	Modèle empirique n : paramètre à déterminer expérimentalement
Maxwell	$\lambda_{app} = \frac{\varepsilon \lambda_f (2\lambda_f + \lambda_s) + 3\alpha \lambda_s \lambda_f}{\varepsilon (2\lambda_f + \lambda_s) + 3\alpha \lambda_f}$	Particules sont sphériques, et aucune interaction mutuelle entre les particules
Hamilton	$\frac{\lambda}{\lambda_f} = \frac{\lambda_s + (n-1)\lambda - (n-1)\varepsilon(\lambda_f - \lambda_s)}{\lambda_s + (n-1)\lambda_f + \rho(\lambda_f - \lambda_s)}$	Une extension du modèle Maxwell à diverses formes géométriques
De Vries	$\lambda_{app} = \frac{\varepsilon \lambda_f + \alpha G \lambda_s}{\varepsilon + \alpha G}$	Extension du modèle de Maxwell à des particules ellipsoïdales
Wiley Southwick	$\lambda_{app} = \frac{n_w \lambda_s}{\varepsilon \frac{\lambda_s}{\lambda_f} + \alpha} + (1 - n_w)(\alpha \lambda_s + \varepsilon \lambda_f)$	Combinaison du modèle série et parallèle
Russel	$\frac{\lambda_{app}}{\lambda_f} = \frac{\alpha^{2/3} + \frac{\lambda_f}{\lambda_s} (1 - \alpha^{2/3})}{\alpha^{2/3} - \varepsilon_d + \frac{\lambda_f}{\lambda_s} (1 - \alpha^{2/3} + \alpha)}$	La phase discontinue est sous forme de cubes régulièrement espacés. -Hypothèse d'isothermes parallèles
Frey	$\frac{\lambda_{app}}{\lambda_f} = \frac{(1 - \alpha^{1/3} + \alpha) + \frac{\lambda_f}{\lambda_s} (\alpha^{1/3} - \alpha)}{(1 - \alpha^{1/3}) + \frac{\lambda_f}{\lambda_s} \alpha^{1/3}}$	La phase discontinue est sous forme de cubes régulièrement espacés. Hypothèse de flux uniforme

Krisher	$\lambda_{app} = \frac{\lambda_{série} \lambda_{parallèle}}{b \lambda_{série} + (1-b) \lambda_{parallèle}}$	Combinaison du modèle série et parallèle
P.L.Chaurasia, D.R.Chaudhary et R.C.Bhandaria	$\lambda_{app} = (D \cdot \lambda_f + B \cdot \lambda_s)^n \left(\frac{\lambda_f \lambda_s}{A \cdot \lambda_s + C \cdot \lambda_f} \right) (1-n)$	A+B+C+D=1 C+D=ε B+D=n D=ε ^{1.3} et $B = \frac{1}{\psi} \left(\frac{1-\varepsilon}{1+\varepsilon} \right)$
Crane et Vachon	$\lambda_{app_{inf}} = \int_0^1 \frac{\lambda_s \lambda_f}{\lambda_s + (1-\varepsilon)(\lambda_f - \lambda_s)} dx$ $\lambda_{app_{sup}} = \frac{1}{\int_0^1 \frac{dx}{\lambda_f + (1-\varepsilon)(\lambda_s - \lambda_f)}}$	$\lambda_2 \leq \lambda_{app} \leq \lambda_1$ pour tous les mélanges stochastiques normalement distribués
Zarichniak et Novikov	$\lambda_{app} = \sum_{p=0}^n C_n^p \varepsilon^p (1-\varepsilon)^{n-p} \frac{n}{\frac{P}{\lambda_s} + \frac{n-P}{\lambda_f}}$	Arrangement aléatoire de cubes solides et fluides
Jinn Huie	$\frac{\lambda_{app}}{\lambda_f} = \alpha_{jin} \frac{\lambda_s}{\lambda_f} + \beta$ $\alpha_{jin} = \rho_{app} \text{Exp}\left(-\frac{n}{\rho_{app}}\right)$	n : paramètre empirique n=0 pour un solide, et n=1 pour un milieu poreux non consolidé n> 1 pour un milieu poreux non consolidé
Yagi et Kunii	$\frac{\lambda_{app}}{\lambda_f} = \varepsilon_1 + \frac{(1-\varepsilon_1) \lambda_s}{(1-\alpha_1) \lambda_f + \alpha_1 \lambda_s}$	Le transfert s'effectue à travers les surfaces de contacts
Kunii-Smith	$\frac{\lambda_{app}}{\lambda_f} = \varepsilon + \frac{\alpha \beta}{\frac{\lambda_f}{\lambda_s} \gamma + \phi}$	γ=2/3 β=1
Bauer Schlünder	$\frac{\lambda_{app}}{\lambda_f} = (1-\sqrt{1-\varepsilon}) \left(\frac{\varepsilon}{(\varepsilon-1) + \frac{\lambda_f}{\lambda_s^*}} + \varepsilon \frac{\lambda_s}{\lambda_f} \right) + \sqrt{1-\varepsilon} \left(\phi \frac{\lambda_s^*}{\lambda_f} + (1-\phi) \frac{\lambda_{so}^*}{\lambda_f} \right)$	Le transfert s'effectue à travers les surfaces de contact
Hayashi et al	$\lambda_{app} = \frac{1}{2} (3\varepsilon-1) (\lambda_f + \beta_1 D_p \cos \psi) + \frac{3\beta_1 (1-\varepsilon)(1-\delta) \cos \psi}{2 \left(1/\left(\frac{\lambda_f^*}{\phi} + h_{is} D_p\right) + \frac{\cos \psi - \phi^*}{\lambda_s} \right)}$	Le transfert s'effectue à travers les surfaces de contact

2.4.7 Variation de la conductivité thermique en fonction de la porosité

L'objectif principal de cette thèse est d'identifier l'effet des contraintes mécaniques sur la conductivité thermique des milieux granulaires. Les modèles cités plus haut ne prennent pas en compte l'effet des contraintes mécaniques, puisqu'ils calculent la conductivité thermique apparente à partir des mesures directes de la porosité finale. Par contre, nous savons qu'il y a une relation directe entre les contraintes mécaniques et la porosité [23, 24]. Sous l'effet des contraintes mécaniques, la porosité du milieu diminue. Pour continuer à étudier l'effet des contraintes mécaniques sur les calculs de la conductivité thermique, nous sommes obligés de passer par le biais du paramètre intermédiaire de la porosité finale voir figure 2.19.

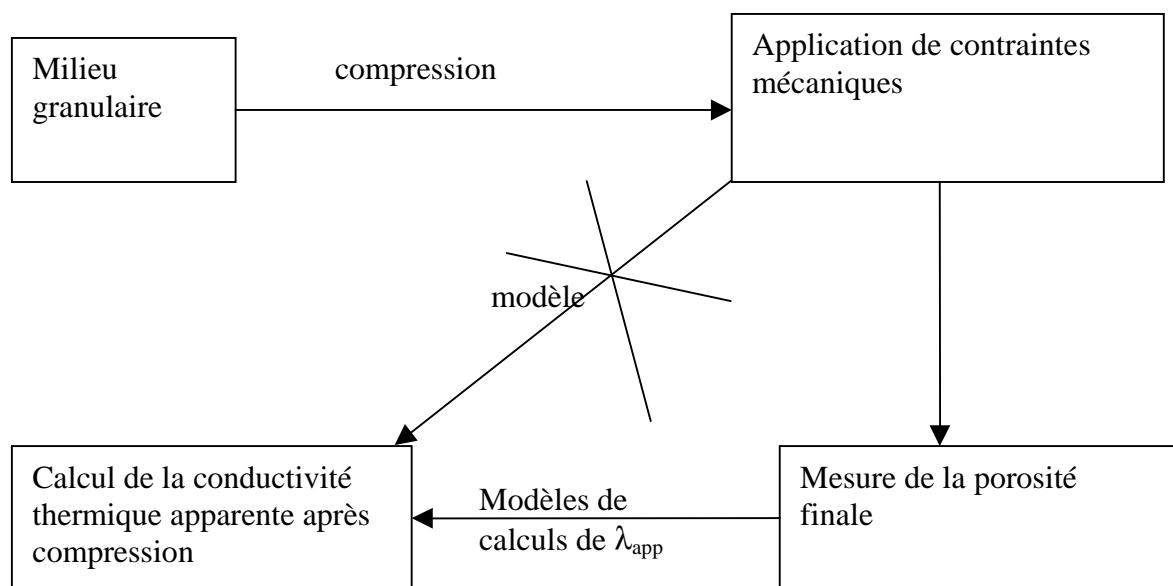


Figure 2.19 : Représentation des chemins d'analyse de la conduction thermique en fonction des contraintes mécaniques

La courbe 2.20 traduit l'influence de la porosité finale sur la conductivité thermique apparente du milieu poreux, lorsque la phase solide a une conductivité thermique supérieure à celle de la phase fluide.

La conductivité thermique apparente dépend étroitement du rapport conductivité solide/ conductivité fluide [84]. Pour des forts rapports, la conductivité thermique augmente lorsque les contraintes mécaniques sont appliquées sur le milieu. Par contre pour de faibles rapports (inférieur à l'unité) la conductivité thermique diminue en fonction des contraintes mécaniques [85].

Nous avons reporté les résultats des modèles cités plus haut qui dépendent exclusivement de la porosité, et la conductivité thermique de la phase solide et fluide.

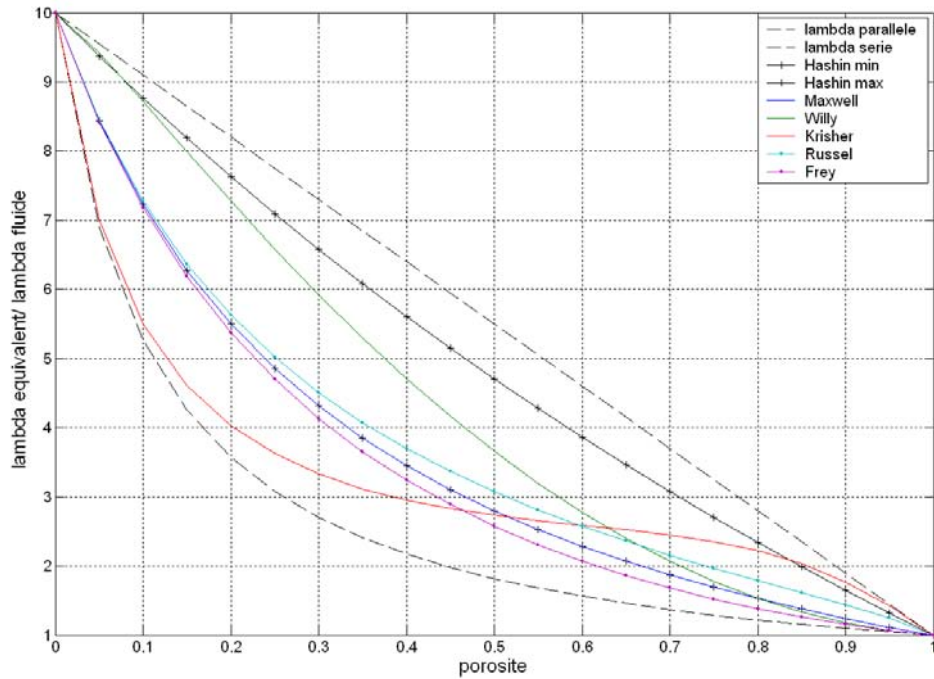


Figure 2.20 : Variation de la conductivité thermique en fonction de la porosité

Les évolutions calculées en modulant la variation de la conductivité thermique en fonction de la porosité sont reportées sur le graphe 2.20. Comme attendu, pour le cas des milieux poreux, la variation de la conductivité est décroissante en fonction de la porosité [86]. Lorsque la porosité augmente, la conductivité thermique apparente diminue. Nous pouvons dire que cela est due à l'intervention de l'air qui représente un milieu isolant pour le passage de la chaleur entre particules.

2.5 Etude de la sensibilité

De nombreux travaux ont porté sur la modélisation de la conductivité thermique apparente des milieux granulaires. Dans le paragraphe précédent, une revue détaillée a été proposée, surtout axée sur des modèles qui font intervenir plusieurs paramètres susceptibles d'intervenir pour le calcul de la conductivité thermique. Pour vérifier le degré d'intervention de chaque paramètre pour ce calcul, il s'avère utile de calculer la sensibilité de la conductivité thermique de chaque paramètre.

Par définition, l'étude de sensibilité nous permet de déterminer le domaine temporel parfois spatial pour lequel la réponse du modèle est significative, c'est-à-dire sensible à une petite variation du paramètre à identifier. Si l'amplitude de la sensibilité est suffisamment grande, l'estimation de paramètres devient facile. Dans ce mémoire, la solution souvent cherchée est la conductivité thermique apparente, cette dernière dépend de plusieurs paramètres, par exemple : le temps, la conductivité thermique, le flux injecté,...

Supposons une variation d'une variable observable (la température, ou λ_{app}) en fonction du temps et des autres paramètres tel que : $Y=Y(t, \beta)$. Par définition le coefficient de sensibilité X_j de $Y=Y(t, \beta)$ au paramètre β_j est défini par la dérivée partielle de la fonction $Y=Y(t, \beta)$ par rapport à β_j .

$$X_j(t, \beta) = \frac{\partial Y(t, \beta)}{\partial \beta_j} \quad (2.47)$$

La température dépend du temps, dans ce cas l'écriture de la sensibilité au paramètre β_j à l'instant t_i devient :

$$X_{ij} = \frac{\partial Y(t_i, \beta)}{\partial \beta_j} \quad (2.48)$$

A partir du calcul de cette dérivation nous pouvons dire que l'estimation est linéaire si les coefficients de sensibilité ne dépendent pas des paramètres, c'est-à-dire $\frac{\partial Y(t_i, \beta)}{\partial \beta_j}$ ne dépend pas de β_j . Le calcul de la sensibilité s'obtient par différences finies :

$$X_{ij} = \frac{Y(t, \beta_i + \delta\beta_i) - Y(t, \beta_i - \delta\beta_i)}{2\delta\beta_i} \quad (2.49)$$

Nous avons démontré que l'équation dépend du paramètre à étudier, pour remédier à ce problème et permettre de calculer les différentes sensibilités aux autres paramètres, nous définissons la sensibilité réduite, définie comme suit :

$$X_{ij}^* = \beta_j \left(\frac{\partial Y(t_i, \beta)}{\partial \beta_j} \right) \quad (2.50)$$

2.6 Conclusion

L'étude menée dans ce chapitre vise à exposer les étapes nécessaires pour mesurer la conductivité thermique d'un milieu granulaire. Les méthodes dites "stationnaires" sont les plus adaptées pour mesurer la conductivité thermique apparente.

De nombreuses études ont été menées sur les propriétés thermophysiques des milieux granulaires. La méthode utilisée pour prévoir la valeur de la conductivité thermique est basée sur plusieurs approches, statistique, prise de moyenne, analogie électrique. Les différents modèles alors établis font apparaître les propriétés intrinsèques des constituants et la structure géométrique du milieu étudié. Les modèles théoriques rencontrés dans la littérature décrivent généralement mal la réalité dès lors que le milieu est soumis à des contraintes mécaniques, puisqu'ils ne prennent pas en compte la constriction de flux de chaleur. Par ailleurs, ces modèles font apparaître l'augmentation de la conductivité thermique lorsque la porosité diminue.

3. Chapitre 3 : Modèle de conductivité thermique apparente en fonction des contraintes mécaniques dans un milieu monodisperse

3.1 Introduction

A notre connaissance, très rares sont les modèles qui décrivent le comportement thermique des milieux granulaires ou des poudres en fonction des contraintes mécaniques auxquelles ils sont soumis. Au cours de ces dernières années, beaucoup de chercheurs s'intéressent à établir des lois pouvant lier le couplage entre la conductivité thermique apparente et le comportement mécanique des milieux granulaires. Abdou [87] étudie l'influence des contraintes mécaniques, et du contact entre particules sur la conductivité thermique dans un réacteur de fusion. Piazza et al [88] étudient la variation de la conductivité thermique pour un ensemble de cailloux sous contraintes mécaniques en faisant varier la température. Ariffin [89] se base sur une modélisation numérique, en modifiant l'équation d'énergie du système par l'introduction d'une énergie due à la compression mécanique. Les modèles décrits sont généralement des modèles simples de type série, parallèle, série-parallèle, et ne prennent pas en compte la constriction des lignes de flux. Pour cette raison, nous avons développé un modèle de calcul de la conductivité thermique d'un empilement non saturé de particules sphériques de même diamètre. Le but principal de ce travail réside dans l'établissement d'un modèle simple qui décrit la variation de la conductivité thermique apparente d'un milieu granulaire en fonction des contraintes mécaniques. La démarche envisagée est résumée ainsi :

- Bien maîtriser le comportement mécanique d'un lit granulaire soumis à des contraintes mécaniques.
- Prendre en compte les déformations du milieu en fonction des contraintes mécaniques appliquées.

- Mieux cerner l'influence des caractéristiques thermophysiques des phases du milieu sur la conductivité thermique effective.
- Déterminer les caractéristiques géométriques de l'empilement jouant un rôle prépondérant au cours des différentes phases de compression

Parmi les modèles rencontrés au cours de l'étude bibliographique (chapitre 2), seuls les modèles de Kunii-Smith [79], de Bauer, et Schlünder [81] ou celui de Hayashi et al [82], auraient pu répondre aux exigences de cette étude. Malgré leur succès, ces modèles concernent seulement les calculs de conductivité thermique apparente des milieux granulaires au repos, c'est-à-dire, sans l'application des contraintes mécaniques autres que l'effet de la gravité.

Le modèle que nous développons ne sera qu'une synthèse originale des différents travaux effectués dans la littérature et au sein de notre laboratoire. Ces travaux s'inspirent des résultats déjà obtenus par certains chercheurs dans le domaine thermique ou dans le domaine de la mécanique des poudres. La simplicité du modèle nous permettra à priori de le valider par des expériences faites dans notre laboratoire avec la méthode de Hot Disk sur des compacts denses.

3.2 Modélisation de la conductivité thermique apparente en fonction des contraintes mécaniques. Pourquoi ? comment?

La conductivité thermique apparente, et les contraintes mécaniques dépendent simultanément des mêmes paramètres (figure 3.1) tels que la porosité, la taille des particules, la structure du milieu, etc.... Cette dépendance par le biais des paramètres intermédiaires nous permet de justifier l'existence d'une relation directe liant ces deux grands aspects. L'objectif de ce chapitre est de prouver par des calculs simples que la conductivité thermique apparente d'un milieu granulaire peut renseigner sur la variation des contraintes mécaniques au sein de ce dernier. L'objectif est alors d'établir une loi basée sur une solution analytique liant les contraintes mécaniques appliquées et la conductivité thermique apparente.

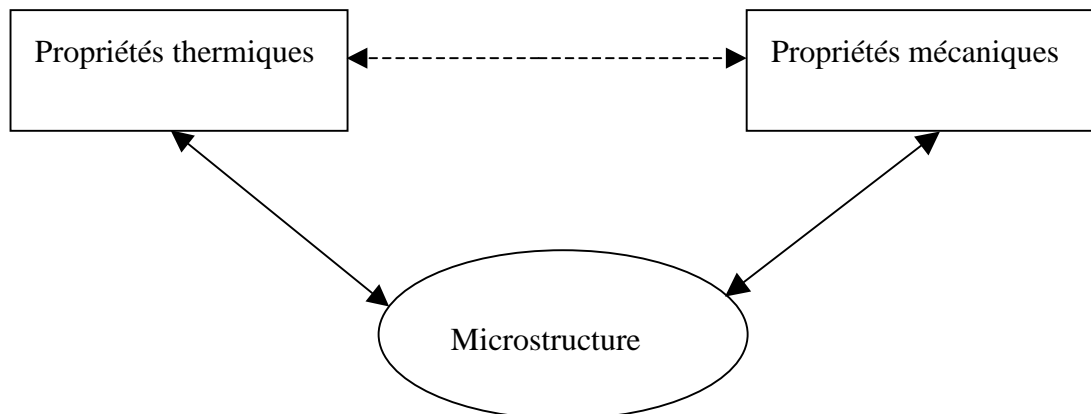


Figure 3.1 : Le lien entre les propriétés thermiques et mécaniques passe par des considérations sur la microstructure.

Dans le chapitre 2, nous avons présenté plusieurs modèles de calculs de la conductivité thermique apparente des milieux poreux, notamment des milieux granulaires. Bien que ces modèles donnent de bons résultats, nous ne pouvons pas les utiliser pour établir une équation analytique entre la conductivité thermique et les contraintes mécaniques. En effet, les modèles décrits se classent en deux familles : d'une part des modèles qui prennent seulement en considération la porosité (figure 3.2), et d'autre part des modèles qui introduisent la porosité et les zones de contact.

Par ailleurs, sous l'effet des contraintes mécaniques, le milieu granulaire change de comportement mécanique : la porosité du milieu et les zones de contact changent. Les modèles décrits ne prennent pas en compte cette variation de comportement, puisqu'ils concernent seulement des milieux au repos, et leurs équations ne dépendent pas de certains paramètres principaux (module de Young, zones de contact, taille des particules, etc....) qui

jouent un rôle primordial pour les calculs de la conductivité thermique apparente des milieux granulaires condensés.

Le changement du comportement mécanique dû à l'application des contraintes mécaniques affectera le transfert de chaleur au sein du milieu, en modifiant la constriction des lignes de flux à travers les surfaces de contact. Les modèles de type contact prennent en compte ce phénomène de constriction des lignes de flux, mais les surfaces de contact sont trop faibles pour que tout le flux passe par les surfaces de contact. Compte tenu de ce qui est décrit plus haut, certaines questions restent sans réponse. En effet, le transfert thermique au sein d'un milieu granulaire s'effectue à travers les pores et les zones de contacts, il reste seulement à déterminer le paramètre prépondérant parmi ces deux.

La modélisation de la conductivité thermique apparente en fonction des contraintes mécaniques intervient comme une suite logique dans la démarche de nos recherches. Les démarches à suivre pour l'établissement du modèle prennent en compte la variation des zones de contact, la constriction des lignes de flux, la variation de la porosité, et la répartition de flux à travers les zones de contact. Le nouveau modèle sera basé sur les mêmes principes et démarches que les modèles type contact, c'est-à-dire, il sera une extension modifiée du modèle Kunii-Smith avec l'introduction des zones de contacts. Il est ensuite intéressant de suivre l'évolution de la surface de contact entre deux particules, accessible uniquement par une modélisation avec une loi de contact. Dans le modèle, on tiendra compte aussi de la variation de la porosité qui peut se faire avec la méthode de la densification.

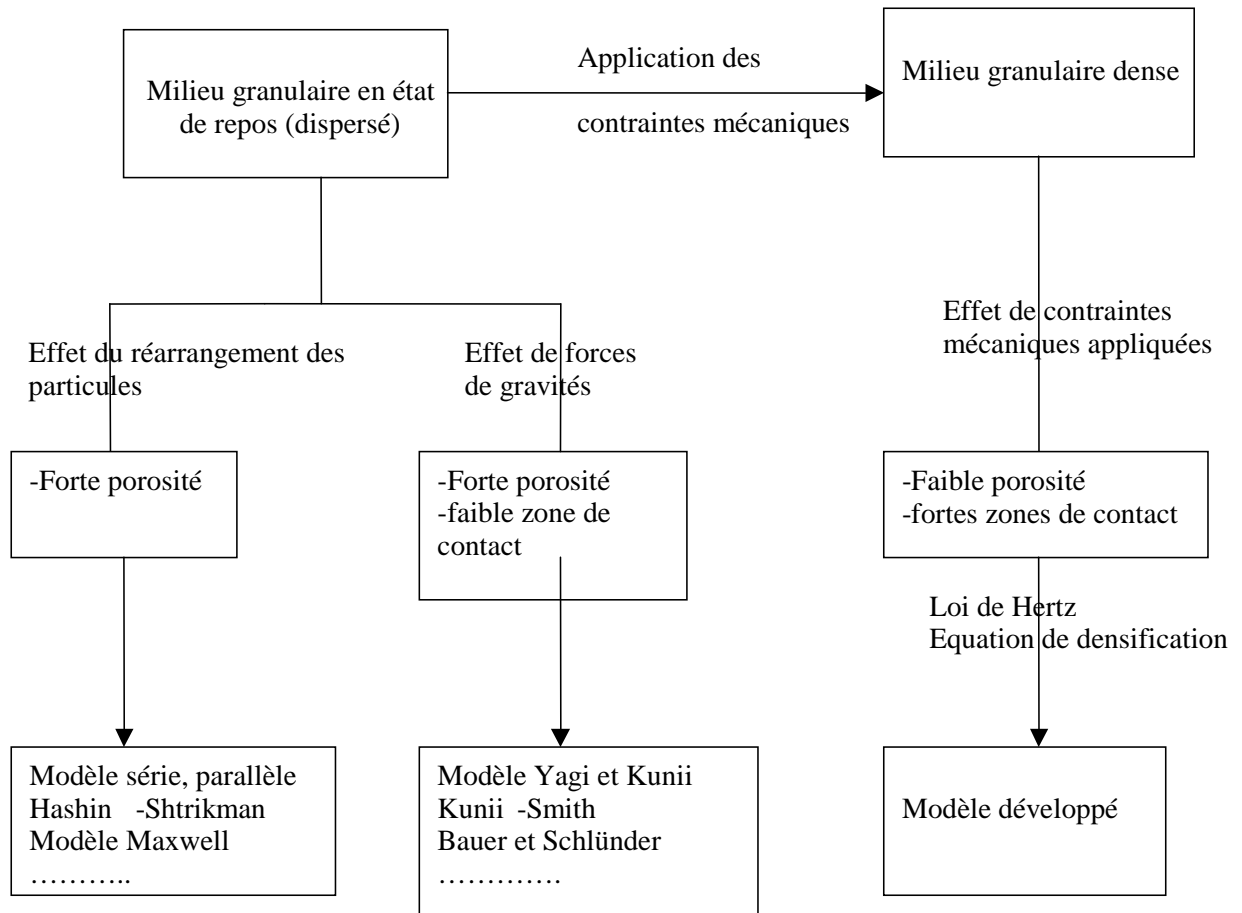


Figure 3.2 : Comparaison entre les modèles du calcul de la conductivité thermique apparente

3.3 Formulation du modèle

Un milieu granulaire comprimé change de structure dès qu'il subit une compression uniaxiale. Cela se manifeste par une réduction de son volume initial, qui affectera directement la conductivité thermique du milieu qui augmente au fur et à mesure que le volume du milieu se réduit, lorsque $\lambda_s > \lambda_f$. En analysant ces observations, la résolution du problème demande deux descriptions qui se complètent. La première est caractérisée par des équations empiriques décrivant un comportement purement mécanique. La deuxième description exige la prise en compte des phénomènes de transfert de chaleur au sein du milieu. Le couplage sera pris en compte et puis explicité par l'évaluation des coefficients de sensibilité de la conductivité thermique apparente aux paramètres susceptibles d'intervenir lors de la résolution de notre problème.

Par hypothèse, l'état des contraintes mécaniques dans le milieu est dû à l'application d'une compression uniaxiale, et nous négligerons toutes les contraintes mécaniques d'origine thermique.

3.3.1 Description du milieu

Le milieu d'étude est un milieu granulaire de particules monodisperses, ce qui peut être représenté par un empilement régulier de sphères stockées dans une matrice, où les parois sont rigides, et est baigné dans un fluide qui remplit les pores laissés par les particules. A l'état initial, nous supposons que le milieu est assez dispersé, ce qui se traduit par une forte porosité du milieu. La porosité est supposée homogène dans le milieu. Nous supposons que les pores sont remplis exclusivement avec de l'air, cette hypothèse nous ramènera à supposer le milieu biphasique, constitué ainsi d'une phase solide et d'une phase fluide. La phase solide est présentée par un ensemble de particules solides déformables sous l'effet des contraintes mécaniques.

A l'état initial, le milieu est caractérisé par un nombre de contact défini. Sous l'effet des contraintes mécaniques, la surface de contact entre deux particules augmente et sera bien déterminée. En tenant compte de toutes ces descriptions citées plus haut, le milieu d'étude peut être représenté par une cellule élémentaire qui est reproduite de façon identique dans tout le milieu.

3.3.1.1 Cellule élémentaire représentative

Dans la théorie de la mécanique des sols, les mécaniciens supposent que le comportement d'un milieu granulaire, notamment une poudre, peut être assimilé à celui d'un milieu continu dont le comportement est défini, en chaque point, par une loi macroscopique en contraintes-déformations. Pour un milieu contenant un grand nombre de particules, cette approche se justifie à partir des théories d'homogénéisation des milieux hétérogènes. On définit un volume élémentaire représentatif (VER), un volume pour lequel il est possible de déterminer une loi de comportement unique reliant les contraintes aux déformations. Cette définition du VER, implique que le comportement macroscopique d'un échantillon est purement déterministe dès que sa taille est supérieure à celle du VER [29, 90]. L'approche probabiliste du choix du VER semble la plus pertinente pour la formulation de notre modèle. Pour notre choix de la cellule de base, le VER satisfait aux critères suivants :

- Il doit être suffisamment petit pour prendre en compte la structure microscopique du milieu, et suffisamment grand pour pouvoir décrire le comportement global du milieu (séparation des échelles).

- Ses propriétés thermomécaniques doivent être indépendantes de l'endroit du milieu où il a été prélevé.

Cette deuxième condition est difficile à réaliser, du fait que le comportement du VER peut être affecté par la proximité des parois. Pour le comportement mécanique, l'effet des parois est traduit par une redistribution des forces vers l'intérieur. Par conséquent, la compression n'est plus unidirectionnelle, mais plutôt bidirectionnelle (en fonction de z et r)

Nous supposons que notre milieu est semi-infini, et dans ce cas nous négligeons le rôle des parois pour le choix du modèle afin d'éviter un effet de pompage. Le problème de définition de la cellule de base exige de vérifier simultanément les lois de transfert thermique ainsi que la loi de comportement mécanique. Pour la caractérisation thermique, le VER peut être représenté par un volume contenant deux sphères (demi-sphères) en contact. Nous supposons qu'une cellule contenant deux particules en contact peut décrire le comportement mécanique total du milieu, et ceci est vrai si la position et le type de contact sont bien déterminés. En tenant compte de tout ce qui est décrit plus haut, notre cellule unitaire est formée à partir d'un cylindre qui comporte deux sphères en contact. Pour simplifier le calcul, le volume de la cellule de base peut être réduit à un cylindre avec deux demi-sphères en contact, en raison de la symétrie du système. Le schéma 3.4 illustre bien la cellule de base ainsi définie.

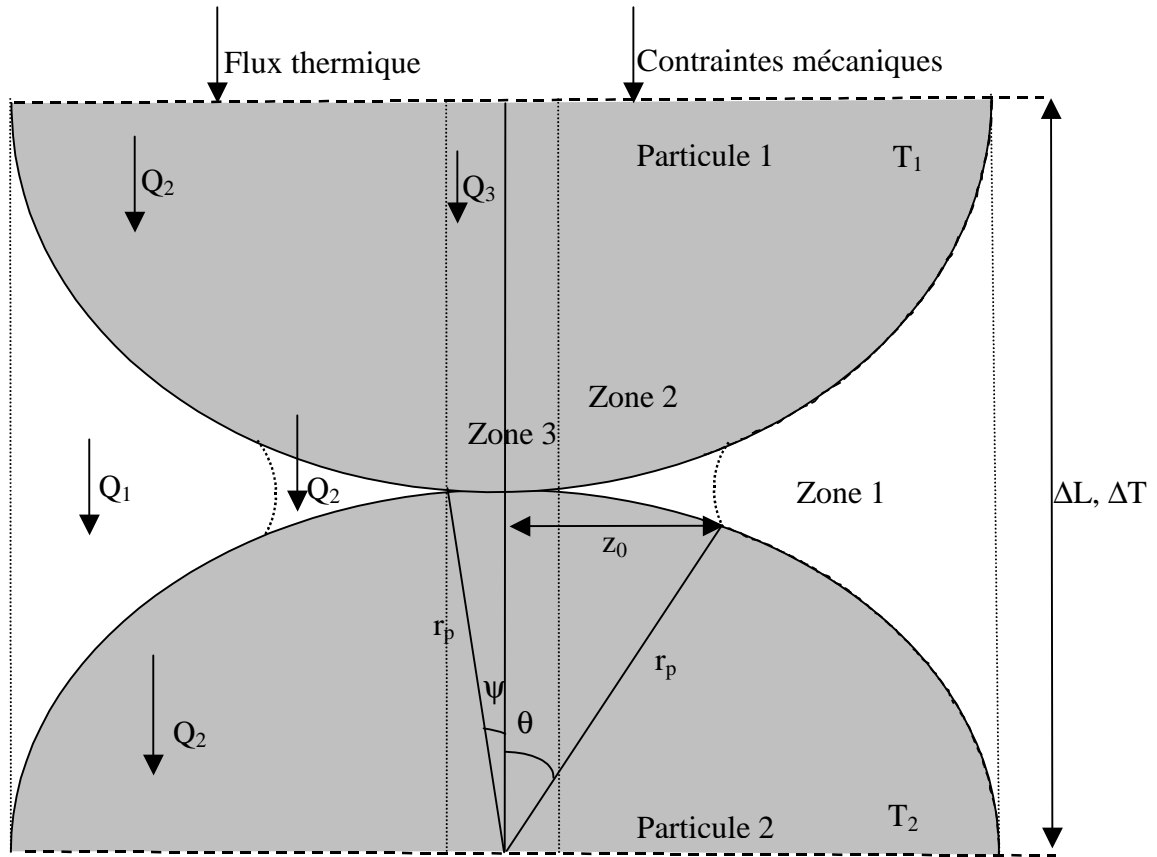


Figure 3.4 : Cellule unitaire du modèle

La longueur de la cellule élémentaire dans la direction du flux de chaleur est de ΔL et la variation de la température est ΔT . Nous signalons que la hauteur du cylindre (cellule unitaire) dépend des contraintes mécaniques appliquées. Pour son calcul, nous nous appuyons sur le calcul du rayon de la surface de contact en fonction de la contrainte mécanique appliquée :

$$\Delta L = 2r_p \cos \psi \quad (3.6)$$

Le transfert thermique dans une cellule s'effectue à travers 3 zones séparées par deux zones fictives. Les deux paramètres qui régissent la transition du transfert dans les zones frontières sont déterminés par deux angles limites ψ et θ .

Entre la zone 1 et 2, la zone de frontière est définie par l'angle limite θ qui dépend du nombre de particules en contact avec celle considérée. Sur la figure 3.4, nous avons présenté seulement une surface de contact, néanmoins, il existe un nombre n de contacts par particule. Nous supposons que les lignes de flux qui passent par les n surfaces de contacts sont parallèles à la direction du flux total. De plus, le flux qui traverse la cellule élémentaire (existence d'une seule zone de contact) est proportionnel au flux total tel que :

$$Q = \frac{Q_{tot}}{n} \quad (3.7)$$

Q_{tot} est le flux thermique traversant une cellule unitaire composant une particule avec ses n particules voisines.

Par ailleurs, dans la cellule unitaire, les trois lignes de flux sont unidirectionnelles et parallèles à la direction du flux traversant la cellule élémentaire. Il existe une limite où le flux passe à travers la phase fluide. Cette limite est calculée avec un angle limite tel que :

$$\sin^2 \theta = \frac{\pi z_0^2}{\pi r_p^2} \quad (3.8)$$

où z_0 est le diamètre d'un cylindre fictif composé de deux zones (zone 3 + zone 2)

Nous supposons que le rapport (équation 3.8) est égal au même rapport entre le flux passant à travers une cellule élémentaire et le flux total. L'angle θ peut être déterminé à partir de l'équation suivante :

$$\sin^2 \theta = \frac{1}{n} \quad (3.9)$$

Entre les zones 2 et 3, nous pouvons remarquer que l'angle ψ dépend étroitement de la déformation due aux contraintes appliquées. Ce paramètre peut être déterminé à partir de la relation suivante :

$$\sin \psi = \frac{a_s}{r_p} \quad (3.10)$$

Où a_s est le rayon de surface de contact.

3.3.1.2 calcul de la surface de contact

Le contact entre deux corps se fait selon la procédure suivante : dans un premier temps, le contact est représenté par un seul point de contact central. Sous l'effet de la pression, une surface se forme autour de ce point de contact. Pour des particules sphériques, la surface de contact est toujours petite devant la surface des deux corps [91], et le calcul de cette surface dépend de leur géométrie, mais aussi de la pression utilisée.

A l'état initial, le milieu granulaire est assez dispersé, ce qui nous permettra de supposer que le contact est ponctuel au début de la compression. A la fin de la compression,

nous pouvons démontrer par calcul que la surface totale de contact est toujours inférieure à la surface d'une particule.

Dans le modèle, nous avons supposé que les particules sont de forme sphérique, et la surface de contact peut être déterminée par des lois de contacts. Les équations qui décrivent ces lois de contact, sont typiquement déterminées à partir des considérations de la théorie de mécanique de contact, de sorte que sous leurs formes les plus simples, elles incluent un frottement normal (exclusivement Hertzien), et une certaine approximation du frottement tangentiel nul, c'est-à-dire que dans le modèle actuel, les tractions de cisaillement sur des surfaces de particules sont ignorées et seules les composantes normales d'effort à chaque jonction de particules sont prises en compte. Nous basons cette négligence des tractions de cisaillement entre les particules sur l'étude de Fleck (1995), qui a constaté qu'ils jouent seulement un rôle mineur.

Nous supposons connaître la surface de contact entre deux particules. En se basant sur la définition originale du contact (deux particules sont en contact si la distance entre les deux centres est inférieure ou égale à la somme de deux rayons pour des particules sphériques de même diamètre), pour pouvoir positionner les surfaces de contacts. La pression est considérée uniforme en chaque point de contact, et l'accroissement de la surface de contact sera établie par un calcul de contrainte issue d'une pression appliquée par la particule 2 sur la particule 1 au niveau de la jonction.

Dans le modèle développé, nous supposons que les surfaces de contact sont circulaires, et le rayon de cette surface est noté a_s . La déformation entre deux particules est élastique, et le rayon de la surface circulaire est donné par la formule de Hertz [29, 92]:

$$a_s = \left[\frac{3}{8} \frac{1-\mu^2}{E} F D_p \right]^{1/3} \quad (3.4)$$

Où F est la force qui agit au niveau du contact entre deux particules.

Le calcul des surfaces de contacts est indispensable pour la résolution du problème. Le rayon de la surface de contact (équation 3.4) nécessite le calcul des contraintes mécaniques en chaque point de contact. Les contraintes mécaniques dans un milieu granulaires dépendent de la profondeur du milieu. Si les contraintes mécaniques ne sont pas homogènes dans le milieu, les surfaces de contacts ne seront pas constantes. Ceci présente un problème pour le choix de la cellule unitaire, puisqu'elle dépend étroitement de la surface de contact. Pour limiter la variation des contraintes mécaniques dans le milieu, nous travaillons avec de petits

échantillons où le rapport hauteur/diamètre est égal à l'unité. Cette condition nous permet de supposer que les contraintes mécaniques sont homogènes dans le milieu. Nous négligeons l'effet du coefficient de transmission La contrainte appliquée en chaque point de contact est égale à la contrainte appliquée par la machine à compression. Avant chaque compression, la lubrification des parois, assurera une bonne transmission des forces dans le milieu. Par conséquent, les contraintes mécaniques seront homogènes dans chaque compact.

3.3.2 Conduction thermique dans un lit granulaire monodisperse

Dans un milieu granulaire, le transfert thermique s'effectue par conduction, rayonnement, et convection. Par contre, si nous nous appuyons sur la structure et la géométrie du milieu, nous pouvons limiter le mode de transfert thermique dans le milieu à la conduction seulement. En effet pour des valeurs ($Gr < 10^3$), le transfert par convection dans le fluide est négligeable [93], et pour des grains de taille inférieure à 1cm et une température d'étude inférieure à 200 °C le transfert par rayonnement est également négligé [93]. Pour notre modèle, nous supposons que les particules sont assez fines et de quelques centaines de micromètres, ainsi la taille des pores est assez petite pour négliger aussi le transfert convectif. Les mesures se font à température ambiante, ce qui nous permet de négliger le transfert par rayonnement dans le milieu. On peut distinguer trois parcours possibles du flux de chaleur traversant la cellule élémentaire (figure 3.4) :

1. Zone 1 : Transfert par conduction dans les pores à travers le fluide. Ce transfert dépend de la taille des pores, c'est-à-dire, de la porosité du milieu.
2. Zone 2 : Conduction qui associe en série un parcours dans le solide et un parcours dans le gaz qui entoure la surface de contact.
3. Zone 3 : Conduction qui se fait exclusivement dans le solide, où le transfert d'énergie d'une particule à une autre se fait au niveau des zones de contacts.

Le flux de chaleur est supposé unidirectionnel, cela revient à dire que les mécanismes de transfert se font en parallèle. Par analogie électrique la cellule unitaire (figure 3.4) peut être représentée sous forme de résistances (figure 3.5)

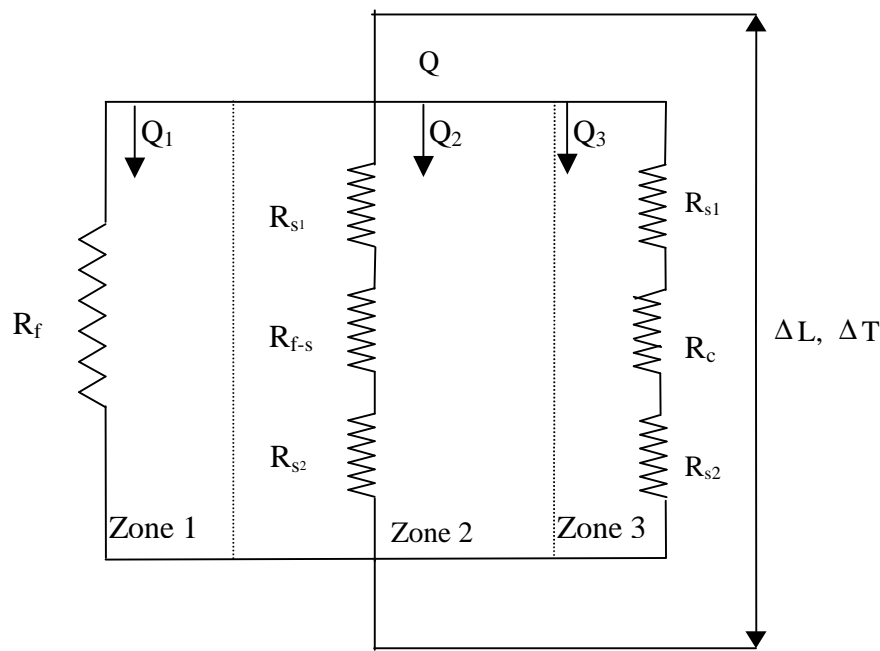


Figure 3.5 : Résistances de contact

La cellule unitaire est composée de trois résistances parallèles qui décrivent les trois différentes zones de contact.

3.3.2.1 Conduction dans la phase fluide (Zone 1)

Nous supposons que les pores sont remplis exclusivement avec de l'air. Dans cette zone, l'air peut être considéré comme un milieu continu. Cette condition est souvent applicable quand la pression du gaz dans le lit n'est pas inférieure à la pression atmosphérique [87]. Pour la résolution de notre problème, les mesures de la conductivité thermique apparente sont faites sous pression atmosphérique, et nous supposons que la pression interstitielle vaut aussi la pression atmosphérique. Par conséquent, la conductivité thermique du gaz à l'intérieur des pores est égale à la conductivité thermique du gaz libre. Cette dernière hypothèse n'est pas toujours vérifiable. En effet, la conductivité thermique de la phase gazeuse dépend de certains paramètres [87] :

- le libre parcours moyen moléculaire du gaz
- le taux d'accommodation

Quelle que soit la taille des pores, nous supposons qu'ils sont très grands devant le libre parcours moyen, ce qui nous amène à supposer que la conductivité thermique du fluide est constante et vaut 0.026 W/mK à la température d'étude qui est d'ordre de 20 °C).

Il est important de signaler que l'air se situant dans les pores peut être humide. L'apparition de cette humidité dans les milieux granulaires est généralement attribuée aux petites gouttes d'eau qui se mettent au voisinage de surfaces de contacts. Les problèmes liés à la prise en compte des effets de l'humidité sur la conductivité thermique apparente n'ont pas été pris en compte explicitement dans le cadre de cette étude. Dans le cas des milieux granulaires humides, cette contribution peut induire une augmentation non négligeable de la conductivité thermique, notamment par l'apparition de ponts liquides sur les zones de contact [94]. Toutefois, les mesures avec la méthode du Hot Disk effectuées à une température ambiante, présente en outre l'avantage de se faire avec un échauffement très limité de l'échantillon (inférieur à 4 °C), ce qui limite considérablement ce phénomène.

3.3.2.2 *Conduction dans la phase fluide autour de surface de contact (Zone 2)*

Dans cette zone (figure 3.6), le transfert se décompose en :

1. Un transfert par conduction dans la phase solide (au sein d'une particule). Ce transfert peut être caractérisé par une résistance thermique notée R_{s1} et R_{s2} .
2. Transfert par conduction dans la phase fluide qui entoure la surface de contact. La résistance thermique qui détermine ce transfert sera notée R_{f-s} . Sous l'effet des contraintes mécaniques, la surface de contact augmente. Par conséquent, le transfert par conduction dans cette zone augmente.

La zone 2 est encadré par deux angles (ψ et θ) qui présentent les limites du transfert thermique à travers le fluide entourant la surface de contact, et pour son calcul, on se sert d'une écriture locale du flux et d'une intégration entre les deux angles limites, c'est-à-dire ψ et θ :

$$dQ_2 = \frac{\Delta T}{dR_2} \quad (3.11)$$

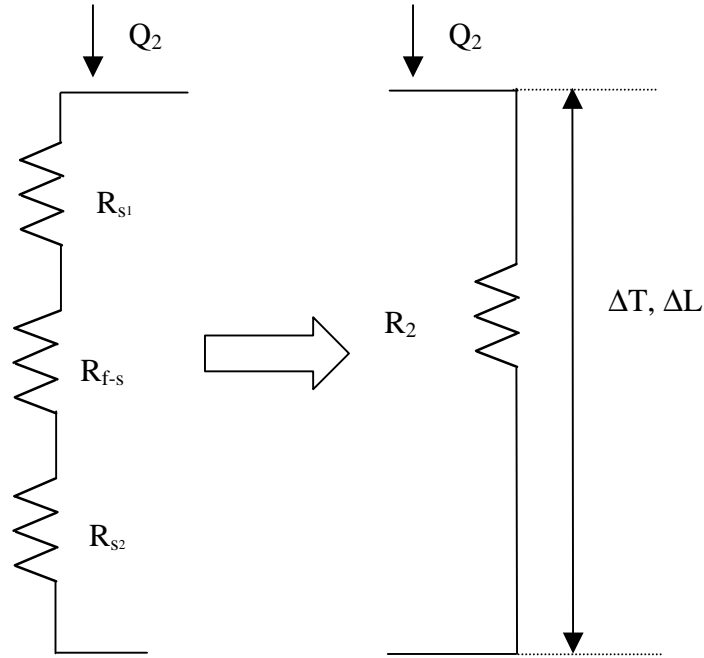


Figure 3.6 Résistances thermiques dans la zone 2

Par symétrie, $R_{s1}=R_{s2}=R_s$, la résistance thermique dans cette zone devient :

$$R_2 = 2R_s + R_{f-s} \quad (3.12)$$

La zone 2 peut être répartie en deux sous zones : une zone solide et un autre fluide.

Dans la zone solide (figure 3.7), l'application de la loi de Fourier dans cette zone, nous ramène à trouver une relation directe qui lie variation du flux qui passe à travers cette zone, et la variation de la température entre les deux particules en contact. La formule générale est sous la forme suivante :

$$dQ_2 = -\lambda_s \cdot dS \cdot \frac{\Delta T}{2dl_1} \quad (3.13)$$

Où

$$dS = 2\pi r_p^2 \sin \omega \cos \omega d\omega \quad (3.14)$$

$$dl_1 = r_p \cos \omega \quad (3.15)$$

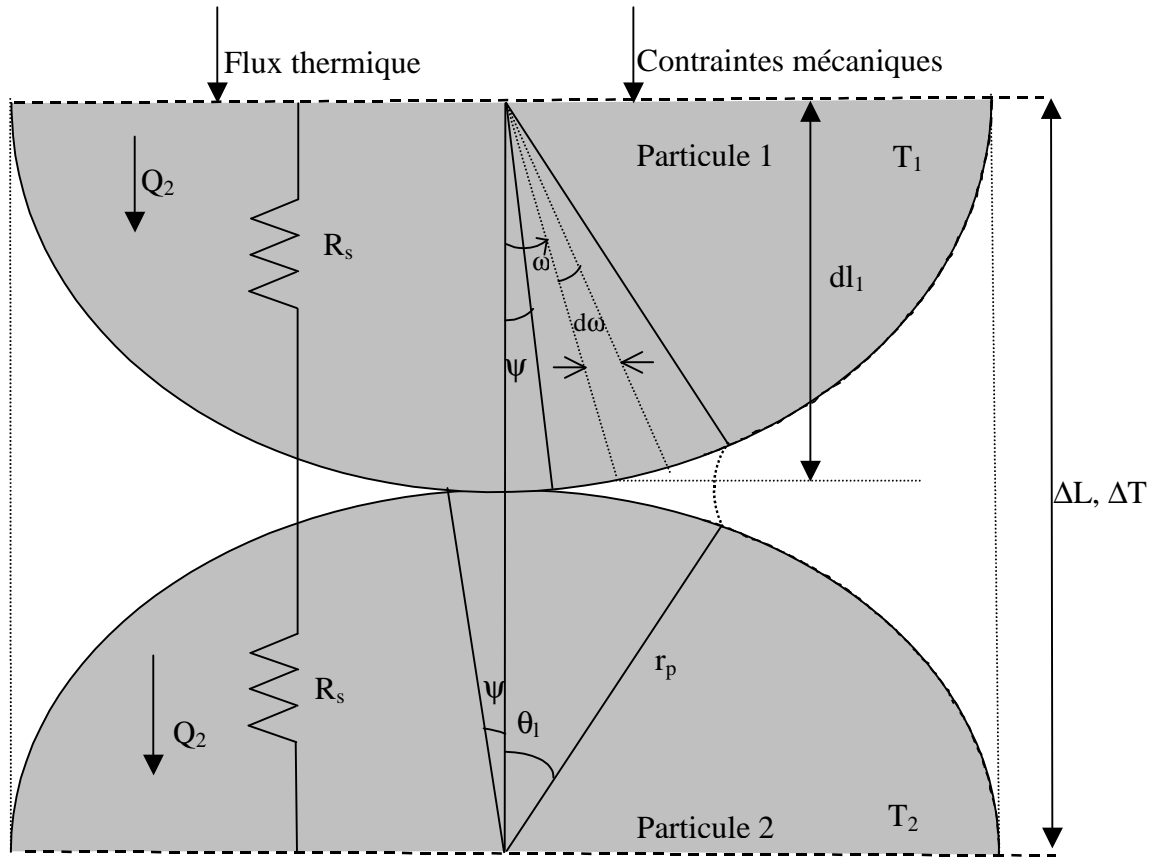


Figure 3.7 : résistances de contacts dans la zone 2

Tout calcul fait, nous trouvons :

$$dR_s = \frac{1}{2r_p \pi \sin \omega \cos \omega d\omega} \left(\frac{\cos \omega}{\lambda_s} \right) \quad (3.16)$$

Dans la phase fluide (figure 3.8) autour de la surface de contact, le flux thermique peut s'écrire comme suit :

$$dQ_2 = -\lambda_f \cdot dS \cdot \frac{\Delta T}{dl_2} \quad (3.17)$$

Où

$$dl_2 = 2r_p (\cos \psi - \cos \omega) \quad (3.18)$$

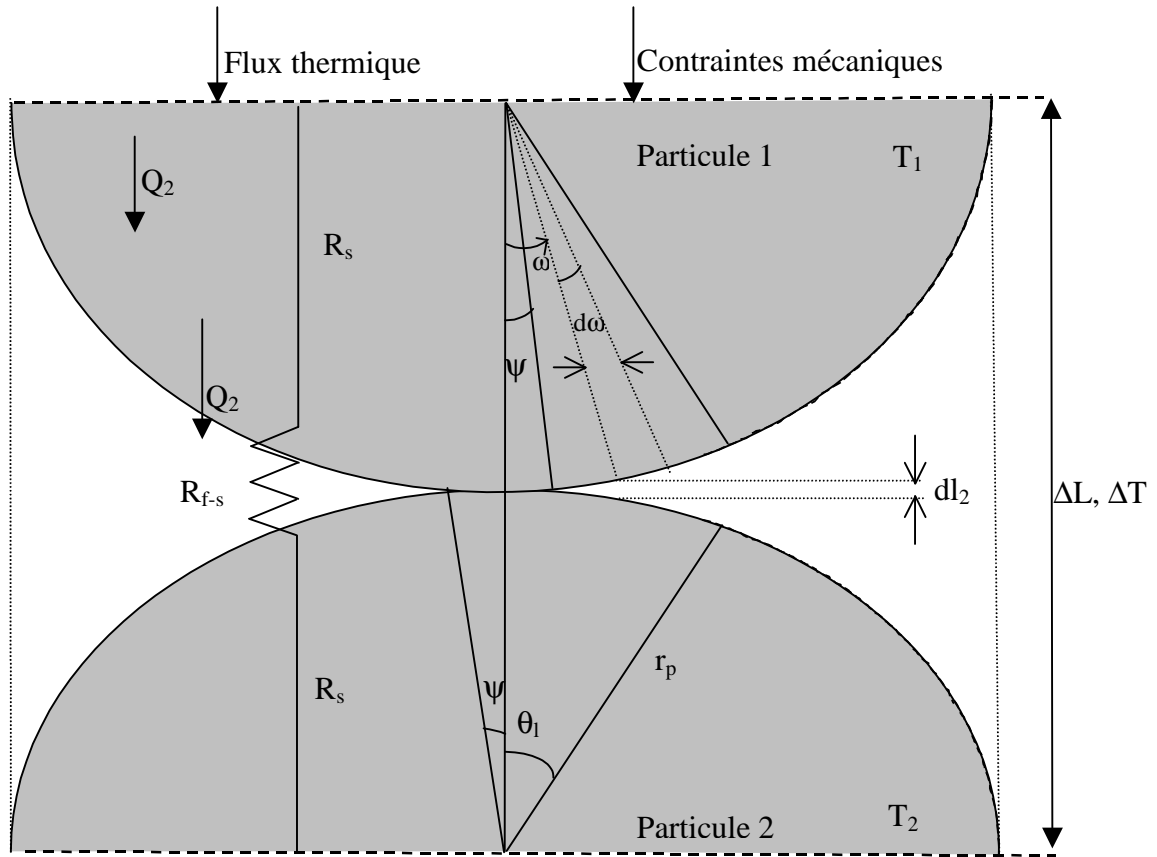


Figure 3.8 : Résistance de contact dans la zone 2

Tout calcul fait, nous trouvons :

$$dR_{f-s} = \frac{1}{r_p \pi \sin \omega \cos \omega d\omega} \left(\frac{\cos \psi - \cos \omega}{\lambda_f} \right) \quad (3.19)$$

La variation de la résistance totale dans la zone 2 est :

$$dR_2 = 2dR_s + dR_{f-s} = \frac{1}{r_p \pi \sin \omega \cos \omega d\omega} \left(\frac{\cos \omega}{\lambda_s} + \frac{\cos \psi - \cos \omega}{\lambda_f} \right) \quad (3.20)$$

Nous posons $\eta = \frac{\lambda_s}{\lambda_f}$

$$dR_2 = \frac{1}{r_p \pi \sin \omega \cos \omega d\omega \lambda_f \eta} (\eta \cos \psi - (\eta - 1) \cos \omega) \quad (3.21)$$

Il est en fait plus commode d'intégrer le flux :

$$dQ_2 = \Delta T r_p \pi \sin \omega \cos \omega d\omega \eta \lambda_f \left(\frac{1}{\eta \cos \psi - (\eta - 1) \cos \omega} \right) \quad (3.22)$$

Le flux total dans la zone 2 est calculé à partir d'une intégration entre les deux angles limités tel que :

$$Q_2 = \int_{\psi}^{\theta} dQ_2 = r_p \pi \eta \lambda_f \int_{\psi}^{\theta} \frac{\sin \omega \cos \omega d\omega}{\eta \cos \psi - (\eta - 1) \cos \omega} \quad (3.23)$$

Un changement de paramètre est recommandé :

$$\lambda = \eta \cos \psi - (\eta - 1) \cos \omega \quad (3.24)$$

Tout calcul fait, nous trouvons la formule de Q_2 tel que :

$$Q_2 = \pi r_p \lambda_f \Delta T \left(\frac{\eta}{\eta - 1} \right)^2 \left[\cos \psi \ln \frac{\eta \cos \psi - (\eta - 1) \cos \theta}{\cos \psi} - \frac{\eta - 1}{\eta} (\cos \psi - \cos \theta) \right] \quad (3.25)$$

Pour faire apparaître la résistance en série, nous pouvons mettre le flux de chaleur Q_2 sous la forme standard $Q_2 = \frac{\Delta T}{R_2}$. Nous obtenons alors l'expression suivante :

$$Q_2 = \frac{\Delta T \pi r_p}{2} \frac{\sin^2 \theta - \sin^2 \psi}{\frac{\varphi}{\lambda_f} + \frac{\cos \psi - \varphi}{\lambda_s}} \quad (3.26)$$

Avec

$$\varphi = \frac{\eta}{\eta - 1} \left(\frac{\frac{1}{2} ((\eta - 1) \sin \theta / \eta)^2}{\ln \{ \eta - (\eta - 1) \cos \theta \} - (\eta - 1) \frac{(1 - \cos \theta)}{\eta}} - \frac{1}{\eta} \right) \quad (3.27)$$

3.3.2.3 Conduction dans la phase solide y compris la surface de contact (Zone 3)

L'analyse du champ de température s'établissant entre deux corps accolés, traversés par un flux de chaleur révèle une perturbation dans une région extrêmement localisée au voisinage de l'interface [95]. La température subit une brusque variation dont l'importance dépend du flux de chaleur qui traverse l'interface, des caractéristiques thermophysiques, la géométrie des deux corps, ainsi que la qualité du contact entre les deux corps [95]. Par analogie électrique, une résistance thermique s'oppose au passage du flux de chaleur à l'interface. Cette résistance sera notée R_c comporte la résistance de constriction due à la

convergence des lignes de flux vers la surface de contact, et la résistance due à l'état de la surface de contact. L'état de la surface de contact joue un rôle primordial pour le passage du flux. En, effet cette surface peut comporter des microporosités ou des aspérités qui tendent à réduire la section de la surface de contact (figure 3.9).

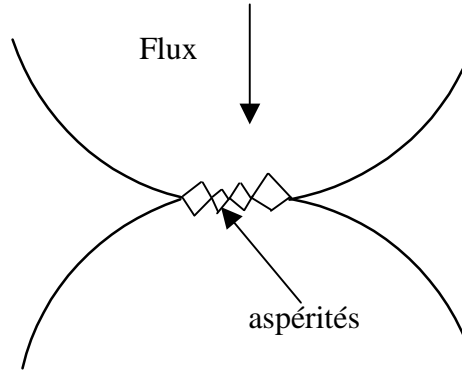


Figure 3.9 : Zone de contact entre deux particules sphériques

Nous négligeons la résistance de contact devant la résistance de constriction, et la résistance R_c se réduit à une seule résistance, en l'occurrence la résistance de constriction :

$$R_c = R_{cs} \quad (3.28)$$

La résistance R_c dépend simultanément de la surface du contact (c'est-à-dire du rayon de la surface de contact) et aussi de la conductivité thermique de la particule (conductivité thermique de la phase solide). Le modèle proposé par Peterson et Fletcher [96] conduit à une bonne estimation de la résistance thermique d'une surface circulaire de contact (type hertzien) qui vaut :

$$R_c = \frac{1}{2a_s \lambda_s} \quad (3.29)$$

a_s : rayon de la surface de contact supposée circulaire.

λ_s : conductivité thermique de la phase solide.

Pour le calcul de la résistance thermique dans la zone 3, il y a deux méthodes de calcul. La première méthode consiste à écrire le flux dans cette zone sous forme d'une écriture locale du flux et de s'en servir d'une intégration entre deux angles, c'est-à-dire 0 et ψ .

La deuxième méthode consiste à considérer la surface de contact entre deux particules est parfaite (continuité de la phase solide). Par conséquent, la région 3 se comporte comme une seule résistance thermique. La résistance thermique de cette zone est celle d'un cylindre de hauteur $2r_p \cos \psi$ (équation 3.6) et de diamètre égale au rayon de la surface de contact supposé circulaire. Dans cette zone, le flux passe avec une portion qui dépend du rapport rayon de contact (a_s) et rayon d'une particule (r_p).

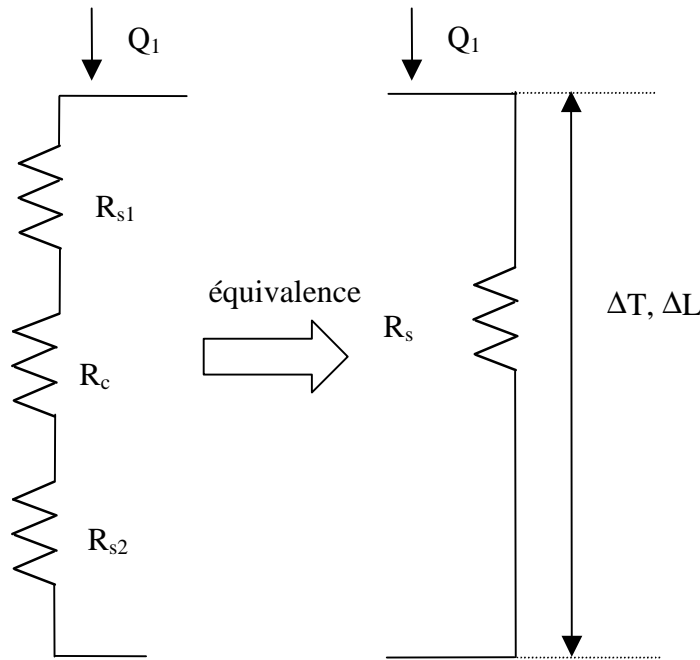


Figure 3.10 : Résistance thermique dans la zone 3

3.3.3 Formule générale du modèle établi

Dans cette partie, nous nous basons sur les taux d'échange du flux dans trois zones, pour calculer la conductivité thermique apparente du milieu. Le flux total qui traverse la cellule est réparti en trois flux, et dépend de la caractéristique thermique et géométrique de chaque zone. On écrit alors l'équation du flux thermique totale comme il suit :

$$Q = Q_1 + Q_2 + Q_3 \quad (3.30)$$

Nous notons ε , ε_2 , et ε_3 : Les taux d'échange de flux dans les 3 zones, tel que :

$$\varepsilon + \varepsilon_2 + \varepsilon_3 = 1 \quad (3.31).$$

Pour trouver la formule générale de la conductivité thermique apparente du milieu, Il est important de déterminer la formule des taux d'échange en fonction des contraintes mécaniques. La loi de Fourier nous permet de déterminer la valeur de la conductivité thermique apparente du milieu comme suit :

$$Q = -\lambda_{app} S \frac{\Delta T}{\Delta L} \quad (3.32)$$

Dans la zone 1, le taux d'échange est égal à la porosité, qui varie en fonction des contraintes mécaniques, et à partir de l'équation de Heckel [23], nous pouvons déterminer cette dernière.

Dans la zone 3, le taux d'échange est proportionnel au rayon de la surface de contact tel que :

$$\varepsilon_3 = \frac{a_s}{r_p} \quad (3.33)$$

Le reste de flux passera à travers la zone 2.

Tout calcul fait, la formule finale de la conductivité thermique pour une contrainte mécanique devient :

$$\lambda_{app} = \varepsilon \lambda_f + \varepsilon_2 \frac{\cos \psi}{(\sin \theta - \sin \psi)^2} \frac{\sin^2 \theta - \sin^2 \psi}{\frac{\varphi}{\lambda_f} + \frac{\cos \psi - \varphi}{\lambda_s}} + \varepsilon_3 \lambda_s \quad (3.34)$$

Avec

$$\sin^2 \theta = \frac{1}{n}$$

$$\sin \psi = \frac{a_s}{r_p}$$

$$a_s = \left[\frac{3}{8} \frac{1 - \mu^2}{E} F D_p \right]^{1/3}$$

$$\eta = \frac{\lambda_s}{\lambda_f}$$

$$\varphi = \frac{\eta}{\eta - 1} \left(\frac{\frac{1}{2} ((\eta - 1) \sin \theta / \eta)^2}{\ln \{ \eta - (\eta - 1) \cos \theta \} - (\eta - 1) \frac{(1 - \cos \theta)}{\eta}} - \frac{1}{\eta} \right)$$

L'objectif principal était d'écrire un modèle analytique de la conductivité thermique apparente en fonction des contraintes mécaniques. Dans l'équation 3.34, les contraintes mécaniques n'apparaissent pas explicitement, mais indirectement à travers les paramètres, ψ , ε et ε_3 .

Si nous comparons l'écriture de la conductivité thermique apparente (équation 3.34) avec celle du modèle de Kunii-Smith (équation 2.39), nous constatons qu'un terme est ajouté, et celui-ci prend en considération l'implication des zones de contacts. Par ailleurs, l'équation 3.34 est similaire à celle de la conductivité thermique apparente développé par Bauer et Schlünder. La seule différence réside dans l'écriture de la surface de contact, et le taux de passage du flux dans chaque zone.

Il apparaît que la formule (équation 3.34) de la conductivité thermique apparente prend en compte tous les paramètres décrits plus haut (diamètre des particules, conductivité thermique de la phase solide, compressibilité, module de Young, ...). Parmi la multitude de paramètres intervenant dans le modèle, la nature du contact entre grains et la compressibilité (équation de Heckel) ont des rôles fondamentaux. Ils conditionnent, en effet, les propriétés locales de la transmission des forces et les propriétés globales du milieu.

Pour la validation du modèle, nous avons recours à des mesures de certains paramètres décrivant des propriétés thermiques et mécaniques du milieu. Ces paramètres sont : le nombre de contact, la porosité, la conductivité thermique de la phase solide, le module de Young, et le coefficient de poisson. L'histoire des sciences y compris récente montre que ces paramètres sont difficiles à mesurer, et les lois actuelles utilisées pour les cerner sont empiriques. Dans ce contexte, nous proposons un procédé que nous avons développé au cours de ce travail pour mesurer les propriétés thermomécanique d'un milieu granulaire.

3.4 Présentation des techniques de mesures des paramètres structuraux

3.4.1 Mesure de la densité relative dans un milieu granulaire

La densité vraie du milieu granulaire est mesurée avec la méthode du pycnomètre à mercure. La densité relative du milieu est calculée avec l'équation suivante :

$$\alpha = \frac{\rho_{app}}{\rho_{vraie}} \quad (3.35)$$

Tel que

$$\rho_{app} = \frac{m_p}{V_{app}} \quad (3.36)$$

Avec m_p : masse de la poudre stockée dans la matrice.

V_{app} : volume de la matrice supposée cylindrique.

La densité relative du milieu en fonction des contraintes mécaniques est décroissante, et calculé à partir des équations de la densification.

3.4.2 Calcul du nombre de contacts

Il est difficile de répondre aux questionnement actuels sur le nombre de contact par particule dans un milieu granulaire. La complexité des phénomènes mis en jeu n'a pas permis d'accéder à un degré de connaissance suffisant. De nombreuses lois ont été évoquées mais aucune validation expérimentale n'est encore venue valider la théorie. En effet, à l'heure actuelle, il est difficile d'accéder à l'échelle microscopique pour effectuer des mesures du nombre de contact par particule sans perturber le milieu. Cet aspect du problème devient beaucoup plus complexe lorsqu'il s'agit des milieux granulaires soumis à des contraintes mécaniques.

Quelques études ont été menées au cours de ces dernières années ont permis d'avancer dans la compréhension des mécanismes de contact mis en jeu dans la densification des milieux granulaires. Les investigations à mener tiennent en compte que le nombre de contacts dépend étroitement du type de réarrangement des particules, et augmente sous l'effet de la densification [97]. Néanmoins, certains chercheurs supposent que dans un milieu ordonné le nombre de contact reste constant [98] même si le milieu est soumis à une compression uniaxiale. Artz [99] adopte en conséquence le concept de densification du milieu aléatoire, et à l'aide de la méthode discrète de contraction des particules, propose une équation qui lie la taille de la surface de contact avec la densité relative du milieu.

3.4.3 Mesure du module de Young/ coefficient de poisson

L'élasticité des matériaux poreux demeure encore mal exploitée(chapitre1). Ceci est dû à la difficulté de l'approche expérimentale et théorique. Dans les dernières décennies, un grand nombre d'expériences ont mis en évidence des anomalies élastiques dans les milieux poreux notamment granulaires. Ces observations nous ont amené à développer une méthode d'étude des constantes d'élasticité du module de Young et de coefficient de Poisson des

milieux granulaires. Cette méthode combine la variation du volume total du milieu, et la déformation in situ.

Le module de Young et le coefficient de Poisson sont obtenus à partir des déformations mesurées par des jauges de déformations (extensométriques) collées à la surface d'éprouvettes soumises à une compression uniaxiale. Cette méthode est conçue à la base pour les mesures des propriétés mécaniques des matériaux solides (le module de Young est constant). Toutefois, sous de fortes contraintes mécaniques, la poudre (notamment milieux granulaires) devient un compact qu'on peut considérer comme un milieu continu solide avec une certaine porosité. D'où l'application de la méthode des jauges est faisable sur des milieux granulaires.

La figure 3.3 présente le principe de mesure du module de Young. Les jauges ont la forme de rosette à 2 directions (forment un angle de 90°), la longueur de la grille est de 1mm. Cette partie est utile pour assurer une déformation du compact, et le support de la grille est de 3 mm. Chaque jauge est de type FCA-1-11. Nous négligeons l'effet de la dilation thermique des jauges, par conséquent la jauge se déforme seulement à cause des contraintes mécaniques appliquées. Chaque jauge de déformation est considérée comme une résistance électrique R, dont la variation est proportionnelle à la déformation :

$$\frac{\Delta R}{R} = \delta \cdot \varepsilon \quad (3.5)$$

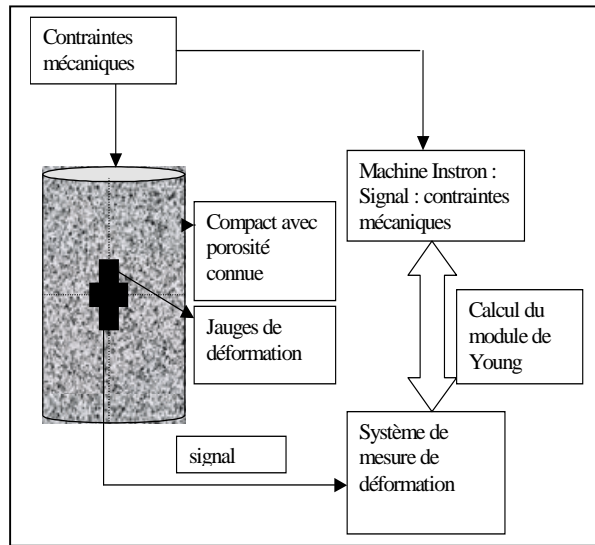
Avec ΔR : variation de résistance électrique de la jauge due aux contraintes mécaniques.

R : résistance électrique initiale qui vaut 120 Ω

δ : facteur de jauge qui vaut 2.05, valeur donnée par le constructeur.

ε : déformation mesurée.

Figure 3.3 : Mesure du module de Young par des jauges de déformations



Les jauges de déformation sont reliées directement à un pont d'extensomètre type Vichy qui mesure directement la variation de déformations. Les mesures des contraintes sont calculées avec la machine Instron.

3.4.4 Mesure de la conductivité thermique de la phase solide

La conductivité thermique d'un milieu granulaire dépend étroitement de la conductivité thermique de la phase solide. Les mesures de la conductivité d'une particule, présentent un défi qu'on ne peut pas surmonter avec les méthodes existantes. Par contre, la conductivité thermique d'un milieu non poreux est facile à mesurer avec les méthodes décrites auparavant. Nous supposons que la conductivité thermique d'une particule est égale à la conductivité thermique d'un milieu granulaire avec une densité relative égale à l'unité. Cependant, nous avons décrit dans le chapitre 1 que même pour des contraintes mécaniques maximales (infinis) nous n'obtenons une densité relative du milieu égale à l'unité. Pour remédier à ce problème, nous procédons pour le calcul de la conductivité thermique de la phase solide par une extrapolation de la conductivité thermique apparente en fonction de la densité relative.

Dans cette partie, nous avons exposé les techniques à suivre pour mesurer des propriétés thermomécaniques du milieu. Pour mieux comprendre l'intervention de chaque paramètre dans le calcul de la conductivité thermique, nous proposerons une étude de sensibilité qui sera l'objet d'une étude dans le prochain paragraphe.

3.5 Sensibilité du modèle aux des différents paramètres

Cette partie est destinée à déterminer le domaine de définition de certains paramètres pour lesquels le modèle a une plus grande sensibilité au paramètre à estimer, et qui est la conductivité thermique. Dans le modèle développé, nous avons trouvé une formulation de la conductivité thermique en fonction des contraintes mécaniques et des autres paramètres comme le module de Young, la porosité, la taille des particules...L'objectif de cette étude de sensibilité est de déterminer une marge de contraintes mécaniques idéale avec laquelle, nous devons exciter le modèle pour obtenir une meilleure estimation de la conductivité thermique en faisant varier les paramètres d'entrée (module de Young, porosité). Pour accomplir cette tâche, il est nécessaire d'effectuer une analyse de sensibilité, avec une marge de contraintes mécaniques comprise entre 0 et 150 MPa. Pour comparer l'influence de chaque paramètre, nous nous intéresserons au calcul de la sensibilité réduite. Les valeurs des paramètres utilisés pour cette étude sont choisies soigneusement qu'ils représentent les propriétés thermomécaniques d'un milieu granulaire, et représentées dans le tableau ci-dessous.

Diamètre de particules	100 μm	Coefficient de poisson	0.28
Module de Young	1.75 GPa	Conductivité thermique de la phase solide	0.672 W :mK
Conductivité thermique de la phase gazeuse	0.026 w/mK	A : constante de Heckel	$4.8 \cdot 10^{-2} \text{ MPa}^{-1}$
Porosité initiale	0.78	B : constante de Heckel	0.41
Nombre de contact par particule	6		

3.5.1 *Sensibilité à la porosité initiale*

La porosité initiale de l'assemblage a une influence importante sur le calcul de la conductivité thermique apparente. Les résultats de sensibilité réduite obtenus en fonction de la porosité initiale sont représenté sur la figure 3.11. Sur cette figure, nous pouvons observer que pour de fortes valeurs de porosité, il existe une grande sensibilité de la conductivité thermique apparente à la porosité initiale. Une petite variation de la porosité initiale affecte directement la conductivité thermique. Cela est vérifié que si le milieu est isolant, car le transfert se fait à travers les pores, et surtout pour des faibles contraintes. Lorsque les contraintes mécaniques

augmentent, la porosité commence à diminuer. A partir d'une valeur de contraintes et de porosité initiale correspondante, la sensibilité réduite s'annule. A partir d'une contrainte dite seuil (contrainte supérieure à 100 MPa), quelle que soit la porosité initiale, la sensibilité réduite garde le même état. Dans cette marge de contraintes, la porosité n'intervient pas, d'où, on peut simplifier le modèle établi sans prendre en considération l'effet de la porosité.

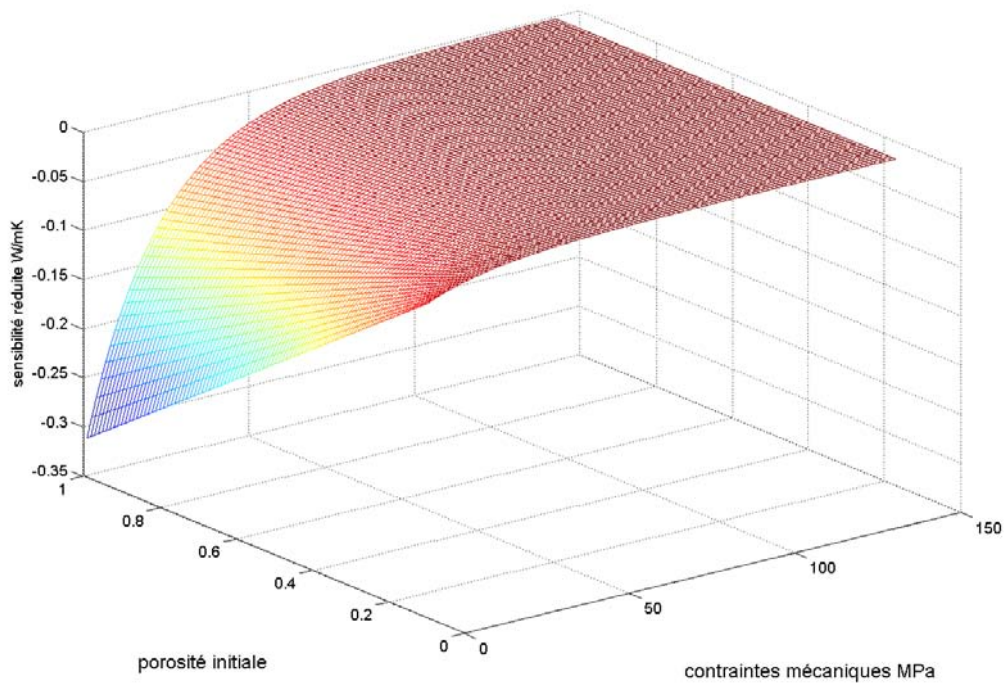


Figure 3.11 : Sensibilité réduite à la porosité

3.5.2 Sensibilité à la conductivité thermique de la phase solide

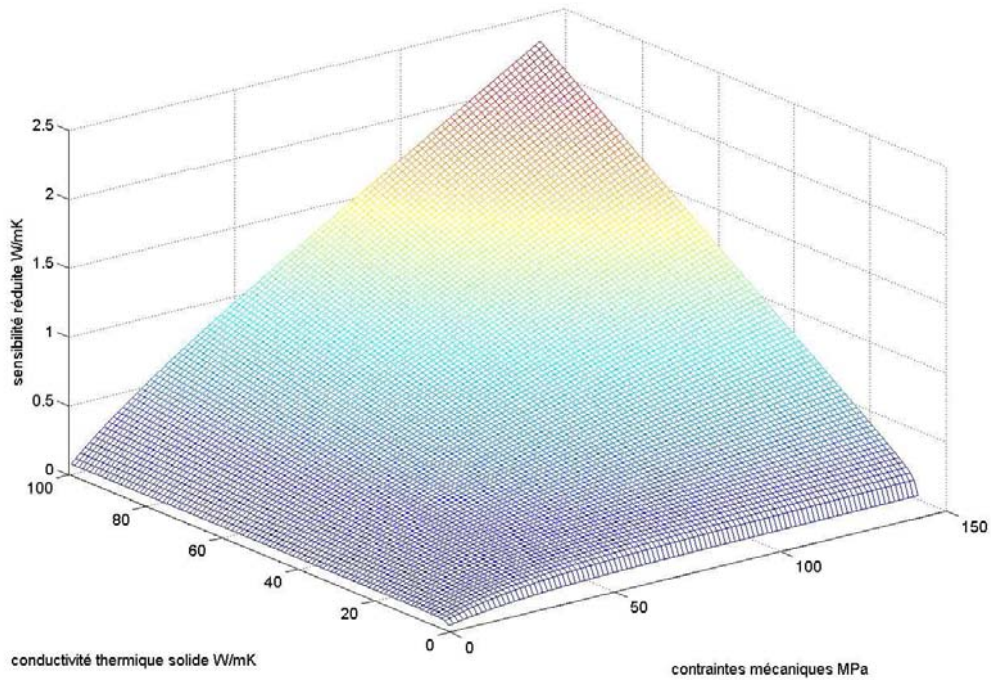


Figure 3.12 : Sensibilité à la conductivité thermique de la phase solide du milieu

Nous pouvons observer sur la figure 3.12, qu'il existe une forte sensibilité du modèle à la conductivité thermique solide du milieu, pour de fortes contraintes qui varient de 35 MPa à 150 MPa. Une petite variation de la conductivité thermique de la phase solide du milieu entraîne une forte augmentation de la conductivité thermique apparente du milieu.

A l'échelle microscopique d'une cellule, la surface de contact augmente avec les contraintes mécaniques. Par conséquent, pour de fortes valeurs de la conductivité thermique de la phase solide, et de fortes contraintes mécaniques, le transfert thermique dans le milieu s'effectue essentiellement dans la phase solide. La surface de contact joue un rôle primordial pour le transfert thermique, car le flux se concentre autour de la surface de contact. C'est l'inverse qui se produit pour les milieux isolants, où les transferts sont prépondérants dans le fluide.

3.5.3 Sensibilité à la conductivité thermique du fluide

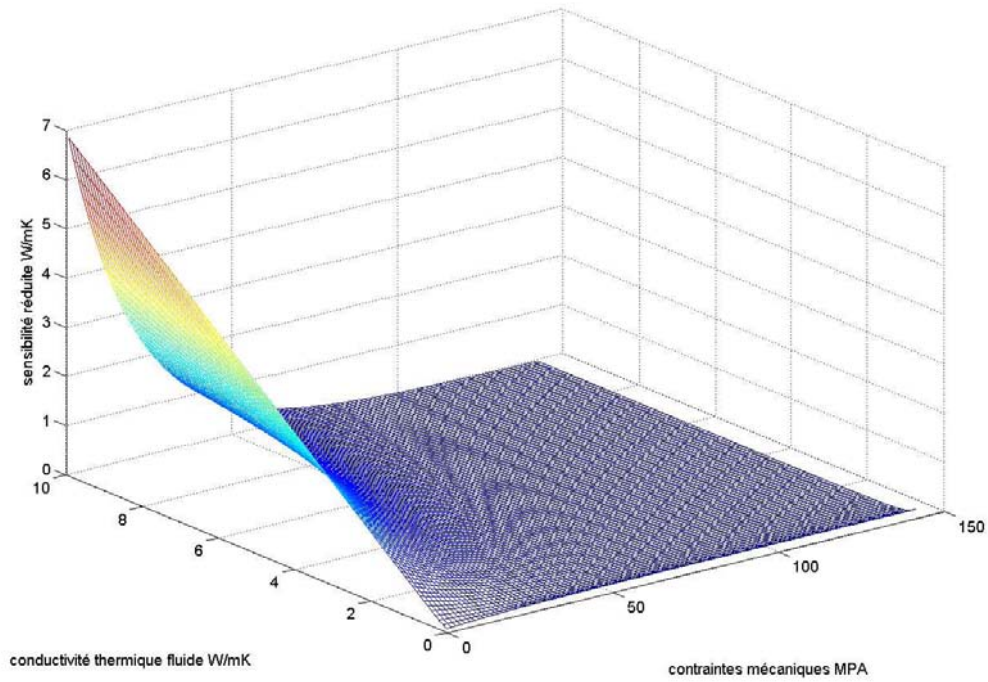


Figure 3.13. :Sensibilité à la conductivité thermique du fluide.

En suivant le même schéma d'analyse que pour la sensibilité à la porosité initiale, nous pouvons observer sur le graphique qu'il existe une forte sensibilité du modèle à la conductivité thermique du fluide pour des fortes valeurs de la conductivité thermique de la phase fluide et des faibles contraintes mécaniques. Pour des fortes contraintes mécaniques, la porosité du milieu commence à diminuer, et le transfert dans le fluide devient négligeable.

3.5.4 Sensibilité au module de Young

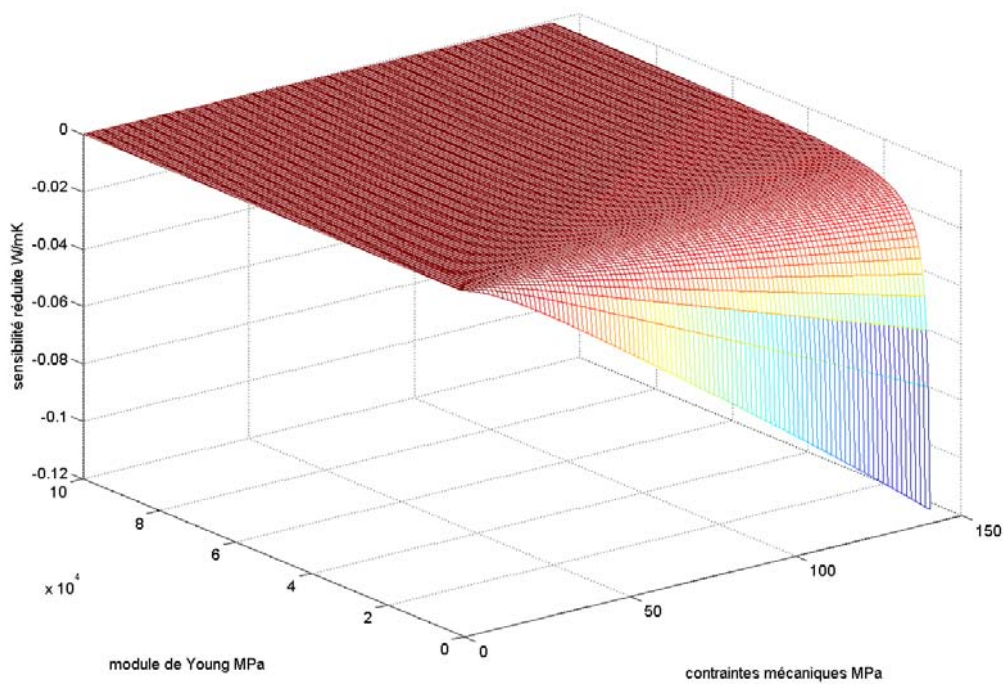


Figure 3.14 : Sensibilité réduite au module de Young

Nous pouvons voir que pour des faibles valeurs de module de Young, la sensibilité réduite est maximale, surtout pour des fortes contraintes. Par contre, pour des faibles contraintes, la sensibilité s'annule. Cela semble logique puisque, pour des fortes valeurs de module de Young, il est difficile de déformer les particules avec les contraintes mécaniques utilisées. Par conséquent, la conductivité thermique apparente reste inchangée.

3.5.5 Sensibilité au coefficient de Poisson

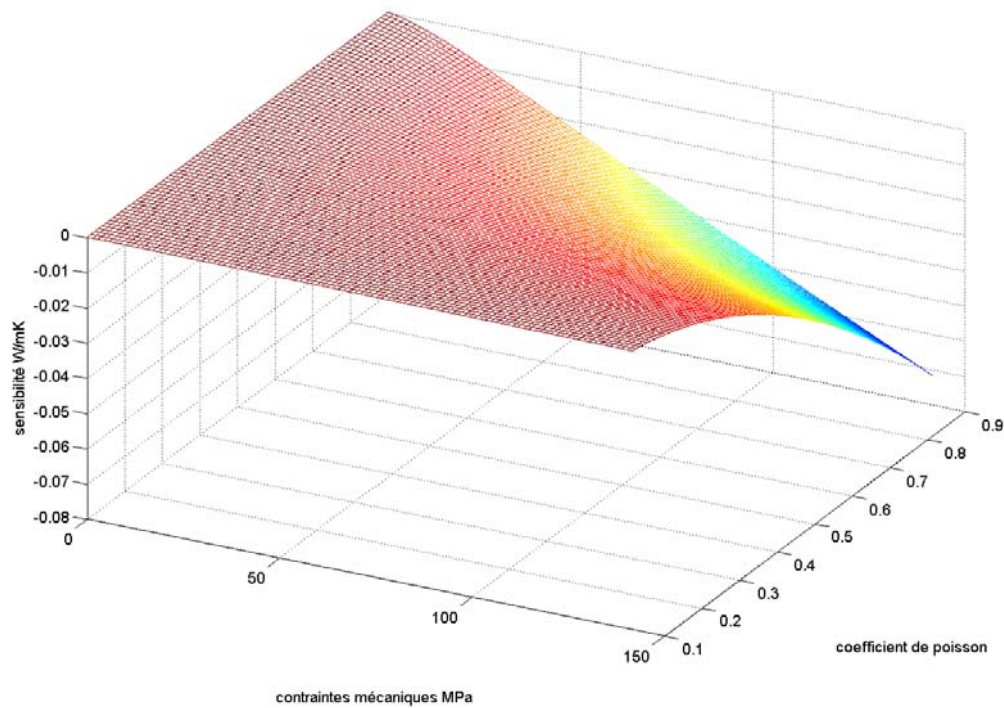


Figure 3.15 : Sensibilité au coefficient de Poisson

Dans la littérature, les auteurs négligent l'effet de ce paramètre, ce qui est confirmé sur la figure 3.15. Quelle que soit la valeur du coefficient de Poisson, la sensibilité réduite est nulle pour des faibles contraintes mécaniques. Pour des fortes contraintes, et des valeurs élevées du coefficient de poisson, la sensibilité n'est pas nulle, mais négligeable devant les sensibilités réduites des autres paramètres.

3.5.6 Sensibilité à la constante de compressibilité (Heckel)

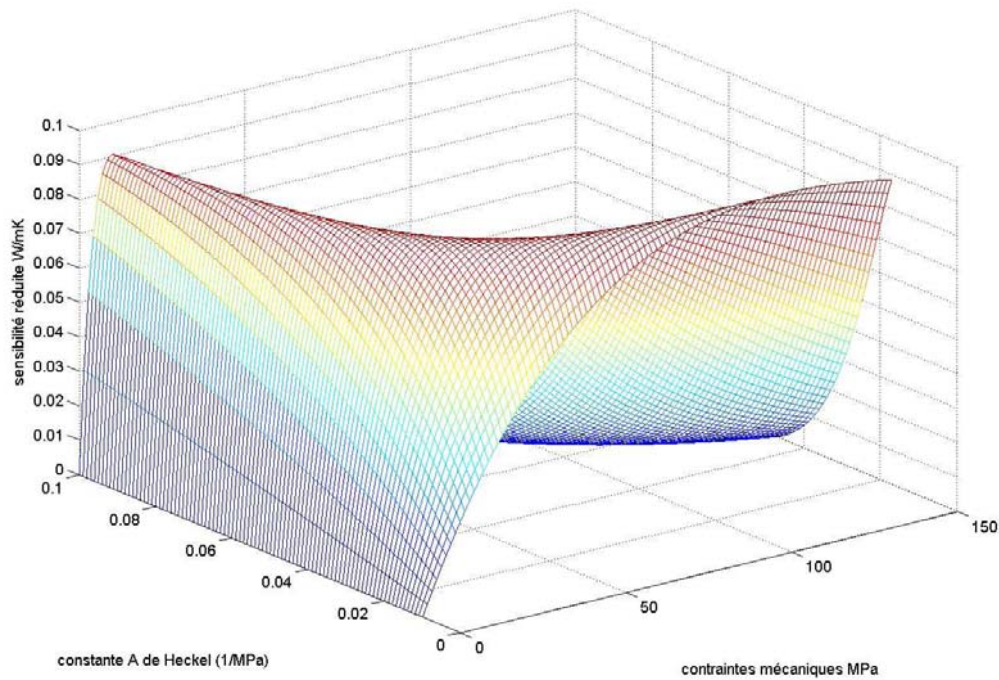


Figure 3.16 : Sensibilité à la constante de Heckel

Sur la figure 3.16, la sensibilité réduite à la constante de Heckel présente un maximum pour des valeurs de contraintes de l'ordre de 50 MPa, quelle que soit la constante A. quelles que soient les contraintes mécaniques appliquées, la sensibilité à la constante de Heckel est négligeable devant la sensibilité calculée avant pour les paramètres porosité, conductivité thermique de la phase solide,... Pour mieux expliquer ces conclusions, il faut tenir compte de certains paramètres, la variation de la compressibilité se fait à l'échelle macroscopique. Or le choix de la cellule était à l'échelle microscopique. Le paramètre dépend exclusivement des contraintes mécaniques.

3.5.7 Sensibilité au rayon de la particule

L'évolution macroscopique du milieu en fonction des contraintes mécaniques ne dépend pas de la taille des particules [17]. Pour rejoindre à ce qui est dit, nous avons fait des expériences en fonction de la taille des particules (cf. Annexe 1), qui montrent que la valeur de la conductivité thermique apparente ne dépend pas de la taille des particules. .

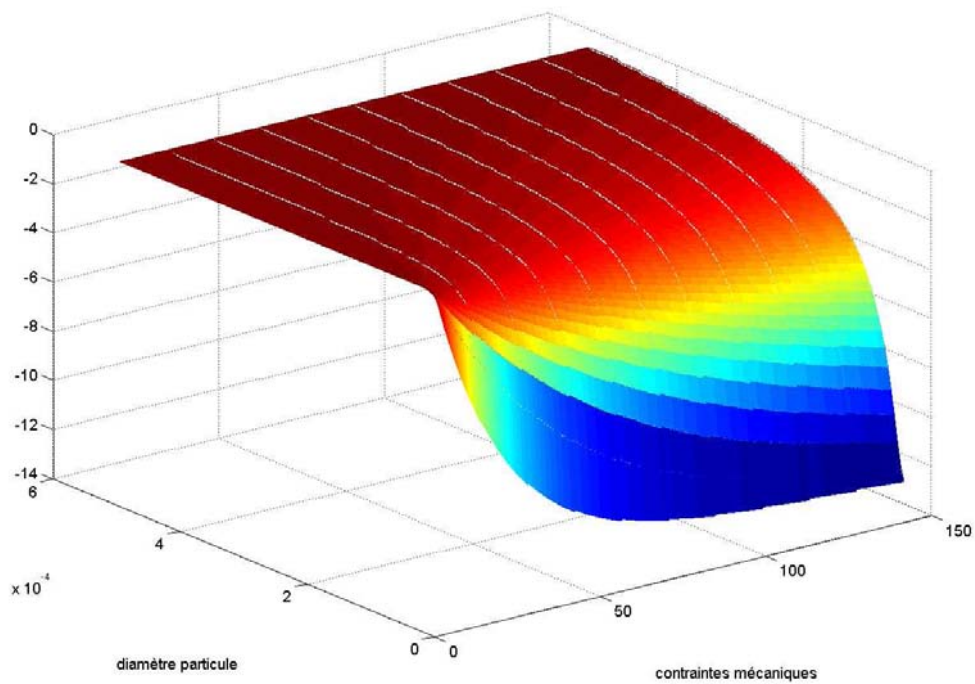


Figure 3.17 : Sensibilité réduite à la taille des particules

Si les matériaux devaient se déformer dans le domaine plastique, la taille initiale des poudres influencerait nettement la rugosité (zone de contact) extérieure du compact où de plus grandes particules fourniraient une surface plus approximative. En revanche, pour les matériaux fragiles où la rupture de particules est susceptible de se produire, la rugosité extérieure peut ne pas avoir une dépendance forte à l'égard de la dimension particulaire initiale [100].

3.5.8 sensibilité à la résistance de contact

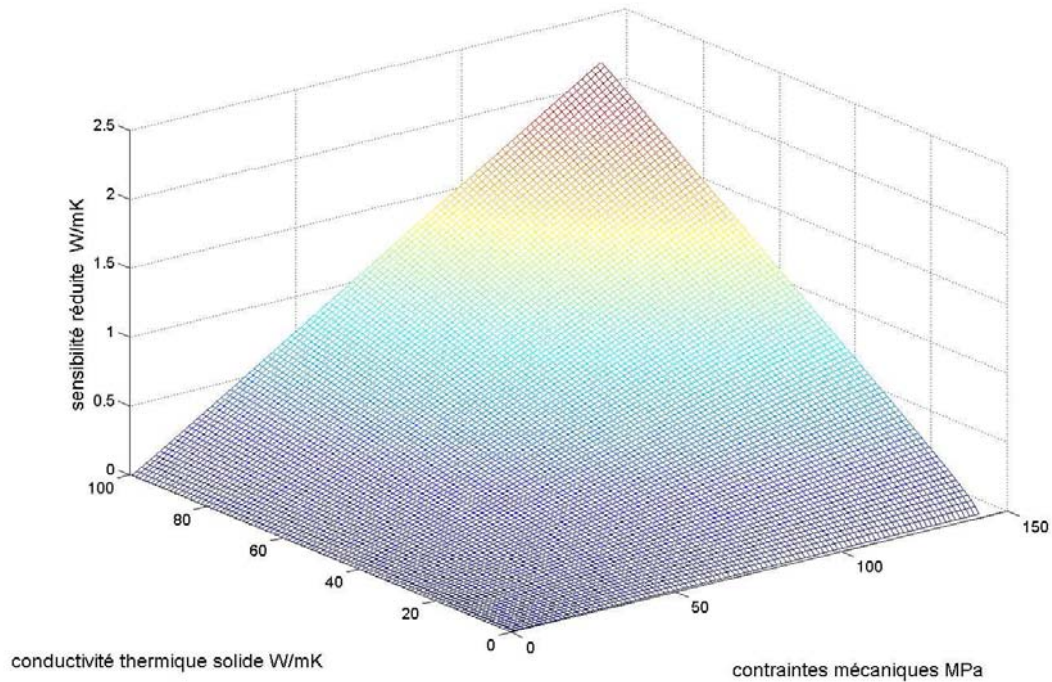


Figure 3.18 : Sensibilité à la résistance de contact

Laraqi [101] a développé un modèle tridimensionnel, qui permet d'étudier l'influence de l'existence des aspérités sur l'évolution de la résistance d'un solide statique ou mobile. L'étude de la sensibilité à la résistance de contact dépend du choix du type de la surface contact (réelle ou parfaite). Dans le modèle développé, nous avons choisi que la surface est parfaite. Nous vérifions notre hypothèse avec les résultats trouvés dans l'article, qui démontre que lorsque la taille relative du contact augmente, le contact réel tend vers le contact parfait. Pour le calcul de la sensibilité à la résistance de contact (figure 3.18), deux cas se présentent :

1. Pour de petites valeurs de λ_s , la sensibilité à la résistance de contact reste négligeable quelle que soit la valeur des contraintes mécaniques appliquées.
2. pour de fortes valeurs de λ_s , la sensibilité à la résistance de contact augmente au fur et à mesure que les contraintes mécaniques augmentent

3.5.9 Sensibilité au nombre de contact

On voit sur la figure 3.19 que la sensibilité réduite augmente avec le nombre de contacts. Dans le modèle développé, le paramètre de contacts intervient sur la proportion du flux qui passe par le contact entre deux particules. Si le nombre de contacts augmente, alors la surface où passe le flux augmente, et le milieu tend à être d'avantage conducteur. Pour un

nombre de contacts fixe, la sensibilité réduite augmente dès que les contraintes mécaniques augmentent. Ce résultat semble logique puisque la surface de contact augmente en fonction des contraintes mécaniques. Par contre dans le modèle, nous avons supposé que le nombre de contacts reste constant et ne dépend pas des contraintes mécaniques. Nous pouvons supposer que cette variation est due au deuxième terme de la conductivité apparente, puisque l'angle de contact augment en fonction des contraintes.

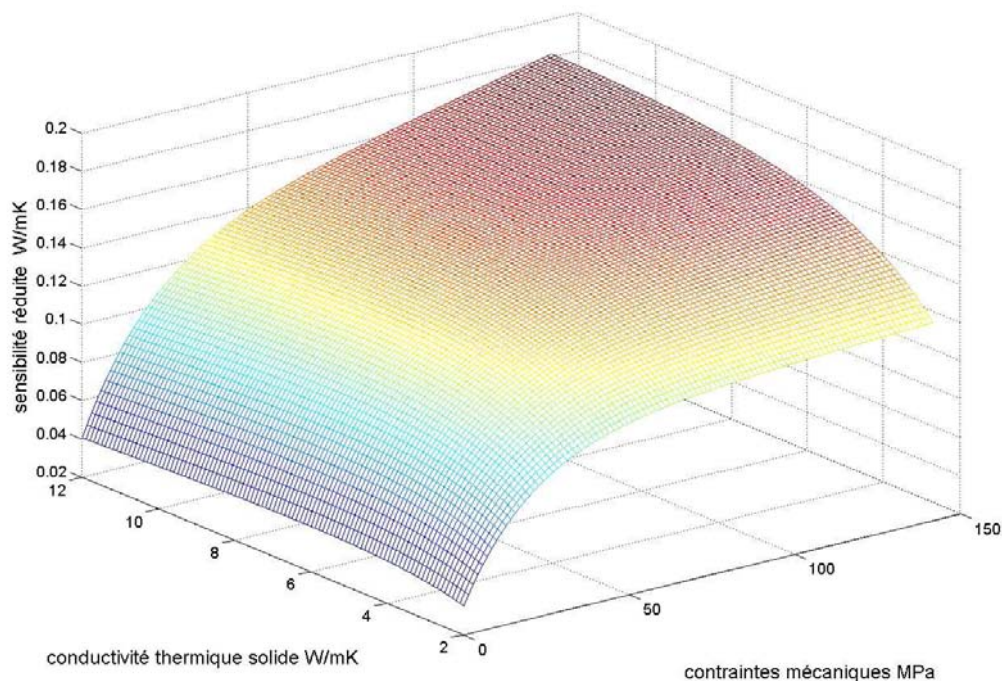


Figure 3.19 : Sensibilité réduite au nombre de contact

3.5.10 Conclusion partielle

Nous avons établi une plage de contraintes où nous pouvons supposer que le modèle de la conductivité thermique apparente est plus sensible aux changements des paramètres que nous souhaitons estimer. Bien que, dans ce chapitre nous avons trouvé le domaine de ces contraintes où les paramètres à identifier présentent une plus grande sensibilité, ceci n'est pas suffisant pour dire que nous pourrions identifier les paramètres, puisque avec ceci nous n'établissons pas s'il existe un caractère linéaire ou une corrélation entre tous les paramètres.

Pour des contraintes allant de 10 à 50 MPa, la conductivité thermique apparente est très sensible à la variation de plusieurs paramètres, en l'occurrence, le nombre de contact, la surface de contact, et la porosité..

3.6 Conclusion

Au cours de ce chapitre nous avons pu voir que plusieurs approches, analogie électrique, calcul des zones de contact, ont été utilisées pour arriver à un modèle de conductivité thermique des milieux granulaires soumis à des contraintes mécaniques. Dans cette partie, nous avons proposé un modèle analytique qui permet de calculer la conductivité thermique des milieux granulaires monodisperses en fonction des contraintes mécaniques. Une étude théorique (chapitre 2), nous a conduit à trouver une solution analytique liant la conductivité thermique apparente et les contraintes mécaniques. Cette solution se base sur la prise en compte de certaines hypothèses et phénomènes, comme par exemple:

- le milieu est considéré comme un empilement de sphères
- le changement de la structure du milieu sous l'effet des contraintes mécanique
- l'augmentation des zones de contact, l'utilisation des équations de densification du milieu
- le changement du comportement mécanique du milieu en fonction de la marge des contraintes mécaniques appliquées.

L'étude de sensibilité aux paramètres du modèle a permis d'évaluer le degré d'influence de chacun des paramètres étudiés sur la conductivité thermique du milieu, et de déterminer les seuils à partir desquels la conductivité n'est plus sensible. Nous avons pu voir au cours de cette étude que la conductivité thermique d'un milieu granulaire pouvait être fortement modifiée, surtout pour des fortes contraintes mécaniques. Par ailleurs, la surface de contact entre deux particules, et la conductivité thermique de la phase solide jouent un rôle prépondérant pour la constriction du flux à travers les surfaces de contact.

L'application à laquelle est destiné ce modèle est l'évaluation de la conductivité thermique pour des milieux granulaires fortement dilatés à l'état initial. Une validation expérimentale fera l'objet du chapitre suivant.

4. Chapitre 4 : Validation expérimentale du modèle développé, analyse des résultats expérimentaux

4.1 Introduction

Le comportement thermophysique d'un milieu granulaire peut fortement changer en fonction des contraintes mécaniques qu'il a préalablement subies. La mesure de la conductivité thermique apparente doit nous renseigner de manière indirecte sur la contrainte mécanique appliquée. Afin d'effectuer des mesures de λ_{app} , plusieurs méthodes sont envisageables. Nous avons opté pour la méthode instationnaire du Hot Disk. Les mesures ont porté uniquement sur les milieux granulaires facilement déformables, de telle façon que à forte contrainte le milieu devient un compact solide avec une densité relative homogène.

Le modèle développé avec des contraintes homogènes fait l'objet d'une première partie. La présentation est relativement succincte, et l'accent est mis sur l'effet de la porosité et des zones de contact sur le comportement thermophysique du milieu granulaire. En revanche, dans une deuxième partie, le modèle avec des contraintes hétérogènes est bien testé par des expériences simples. La méthode de Janssen est exploitée pour remonter aux contraintes mécaniques dans un milieu stratifié.

Après la phase de la validation, un modèle déduit de la prise en compte de la variation du nombre de contact peut être introduit en tant que modèle conduisant à l'identification des propriétés thermophysiques d'un mélange. Il devient alors un outil de prédiction de la conductivité thermique apparente d'un milieu granulaire issu d'un mélange de particules de même nature et de diamètres différents.

Dans cette partie, la relation entre les propriétés thermiques et mécaniques est directe; elle est justifiée par le modèle développé dans la chapitre 3. La conductivité thermique apparente, fonction d'un grand nombre de paramètres, est très sensible à la contrainte mécanique appliquée sur le milieu. Soulignons, dans un premier temps, que la

valeur de la contrainte mécanique est forte. La gamme de pression explorée est, en fait, liée aux propriétés mécaniques des milieux étudiés et à leur grande (ou faible) déformabilité. Une première série d'essais a montré que des cycles de compression conduisent à des évolutions particulières de la porosité du milieu. Cette évolution dépend des propriétés mécaniques de chaque milieu utilisé. En effet, les milieux possédant une dureté mécanique élevée, se déforment moins facilement. Pour certains milieux granulaires, il a été constaté que pour une plage de contraintes mécaniques appliquées, le milieu se transforme en un compact solide. Comme on l'a vu dans la modélisation, les contraintes mécaniques et la porosité sont considérés homogènes dans le milieu. Compte tenu de ces deux dernières remarques, les mesures de la conductivité thermique ont porté uniquement sur des compacts issues d'une compression d'un milieu granulaire. Dans l'hypothèse où la porosité est homogène dans le compact, les rapports de dimensions du compact doivent être respectés, et égaux à l'unité.

La validation du modèle développé dans le chapitre 3, est réalisée en mesurant la conductivité thermique des compacts. Le choix de la méthode de mesures est judicieux pour cette validation. Dans le chapitre 2, il a été prouvé que les méthodes stationnaires sont non appropriées pour ces mesures de λ_{app} . Les méthodes dites instationnaires semblent mieux adaptées pour ces mesures. Parmi ces dernières, notre choix s'est porté sur l'utilisation de la méthode du Hot Disk. La figure 4.1 illustre la méthodologie suivie pour la validation expérimentale du modèle développé.

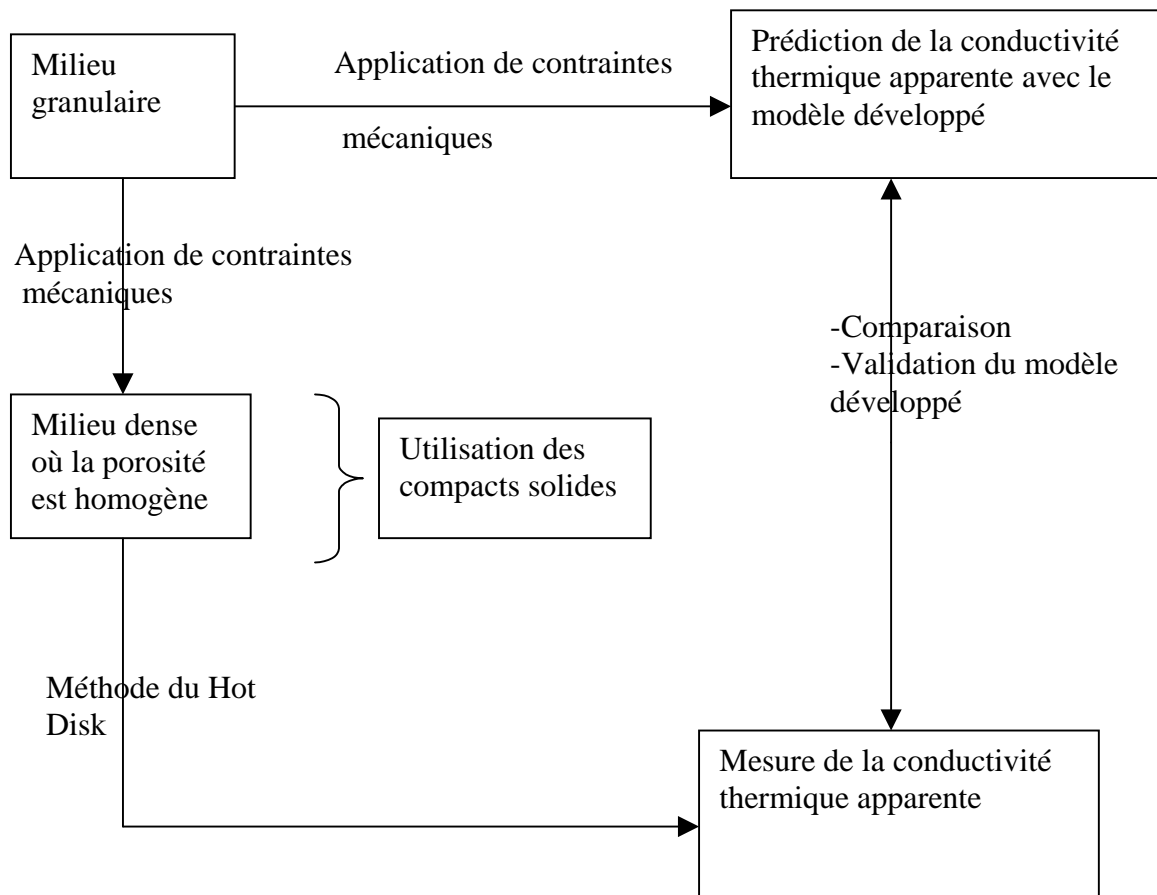


Figure 4.1 Méthodologie de la validation du modèle

4.2 Caractérisation thermomécanique du milieu étudié

4.2.1 Description du milieu

Pour la validation du modèle, notre milieu d'étude est une poudre cellulosique microcristalline connue sous le nom Avicel 102, où de nombreux travaux sont consacrés à la caractérisation mécanique de ce milieu. toutes ces études ont fait l'objet d'investigation et offrent une large gamme de remarques pour mieux comprendre le comportement mécanique de ce milieu et le caractériser. Dans ces études, les propriétés géométriques des particules ont été identifiées à partir des analyses micro-structurales (MEB, Diffraction RX, ...).

D'un point de vue thermique, ces problèmes de forme des particules peuvent conduire à des grandes modifications de processus de transfert thermique avec des conséquences qui peuvent être importantes pour certains milieux conductifs (forte résistance thermique). Il s'agit de phénomènes de transfert dominés par les zones de contact où à travers les pores. Tout d'abord, il convient de noter que le modèle développé ne dépend pas de la taille caractéristique de la particule.

La compression est assurée par un dispositif qui contient : une matrice de bronze trempé, où on suppose que les parois sont rigides (pas de déformation des parois au cours de la phase de compression), un poinçon de diamètre 3 cm de type inox. Les cycles de compression ont été effectués à l'aide d'une machine Instron (figure 4.2), que l'on peut piloter pour faire varier des paramètres tel que: la contrainte appliquée, la vitesse de compression, le déplacement maximal, ou effectuer des cycles de compression. Pour tous les essais, on maintient une vitesse de compression de l'ordre de 10 mm/mn. La force appliquée et le déplacement de la machine ont été enregistrés par un programme compatible qui donne accès à certains paramètres comme : le temps, les déformations, et les contraintes mécaniques.

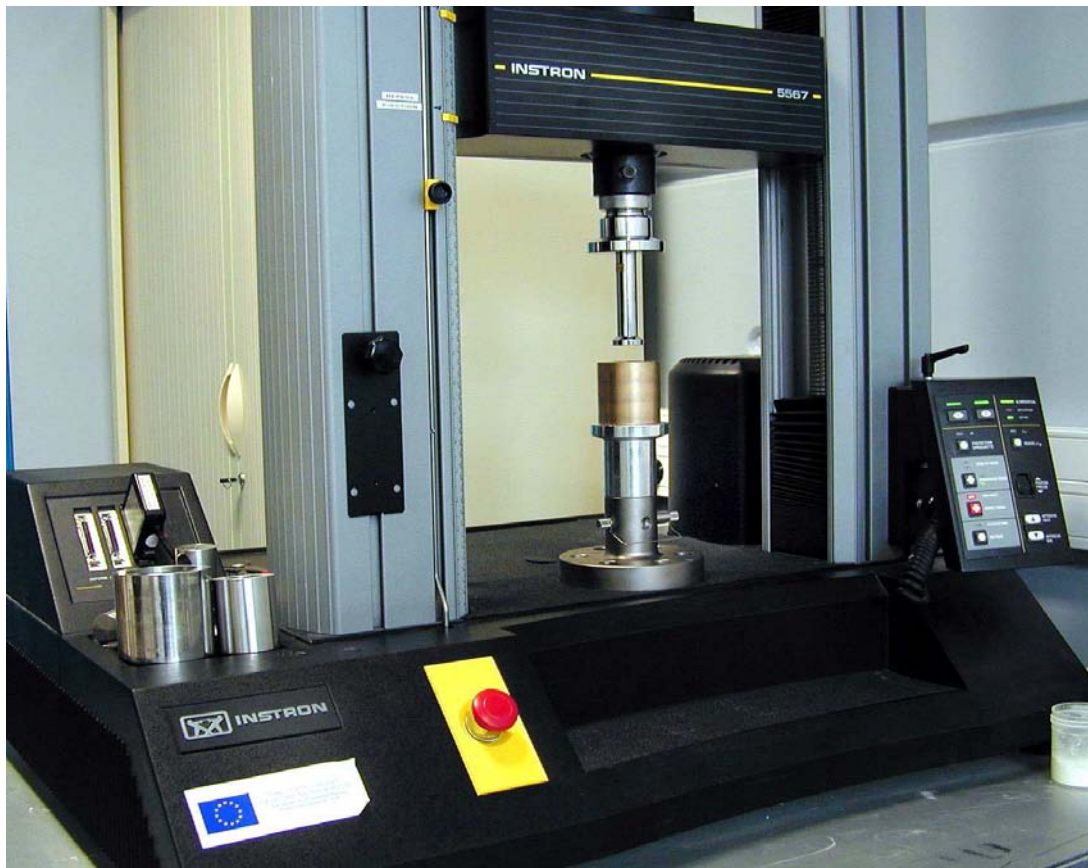


Figure 4.2 : Dispositif expérimental de compression

Les mesures de la conductivité thermique sont faites sur des comprimés, qui ont été rendus compacts à un effort normal imposé final s'étendant entre 5 et 35 MPa [102]. Les comprimés, compacts ont été éjectés de la matrice (figure 4.3) après que la contrainte en haut du silo est atteinte la valeur imposée. Les compacts éjectées prennent la même forme que la matrice de compression [102]. Avant chaque essai, la matrice est lubrifiée avec une poudre de magnésium pour assurer une bonne transmission de la force tout au long du milieu, et pour

augmenter le taux de réduction du volume du milieu [103]. La masse de lubrifiant est de quelques micro grammes. cette faible quantité ne se mélangera pas avec la masse de micro cristalline de cellulose. Après éjection, le compact acquiert une dureté mécanique et une porosité bien définie. La maîtrise de la porosité du milieu après éjection est un jeu important pour la validation du modèle développé qui considère que la porosité est homogène dans le milieu granulaire étudié, et qui est considéré comme une petite strate (compact). Nous supposons que la porosité est constante dans ce dernier. La micro-tomographie X à haute résolution constitue un formidable outil d'investigation du champ de porosité dans un compact. Avant d'aborder les résultats, il est important de signaler un certains nombres de problèmes rencontrés au cours de nos essais.

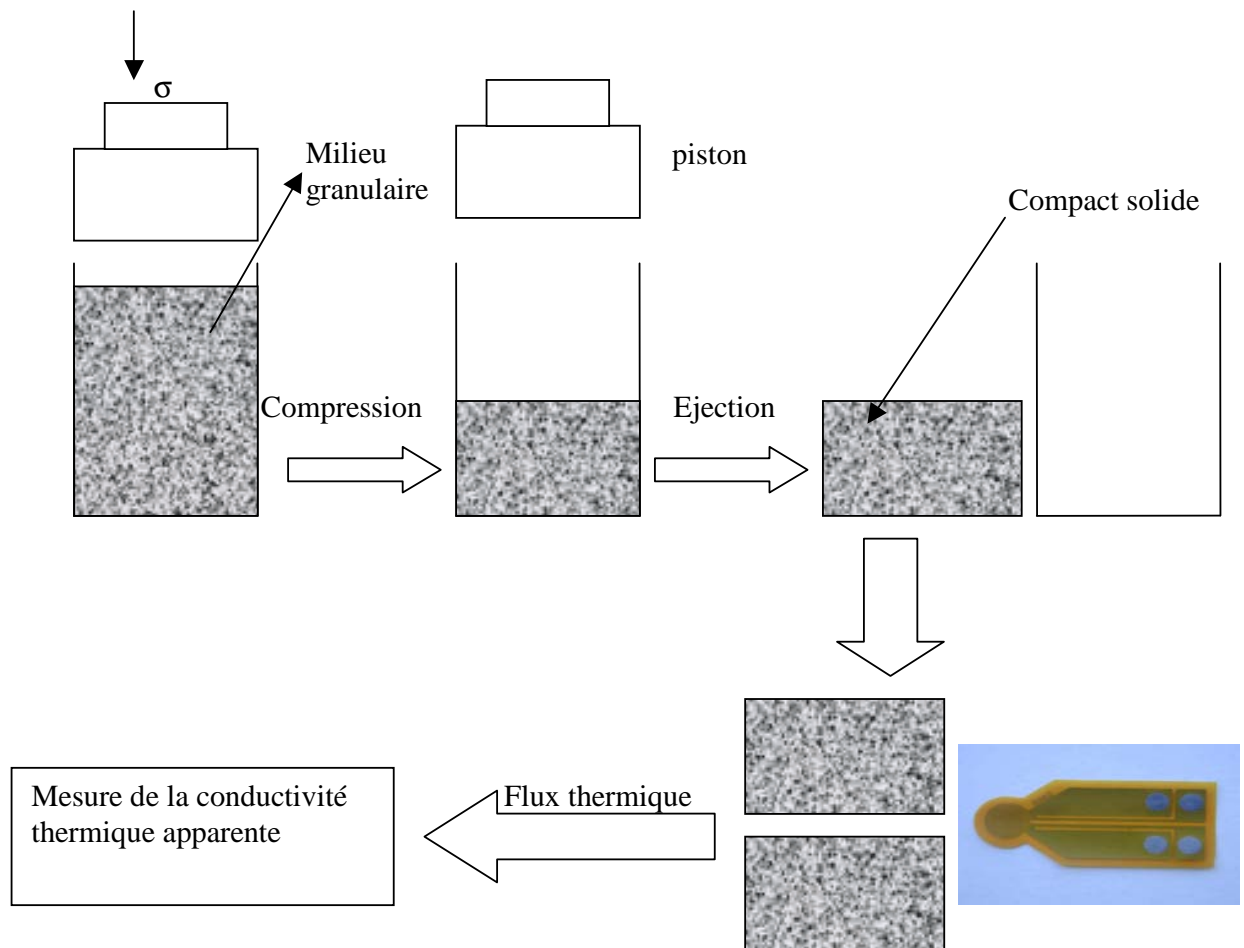
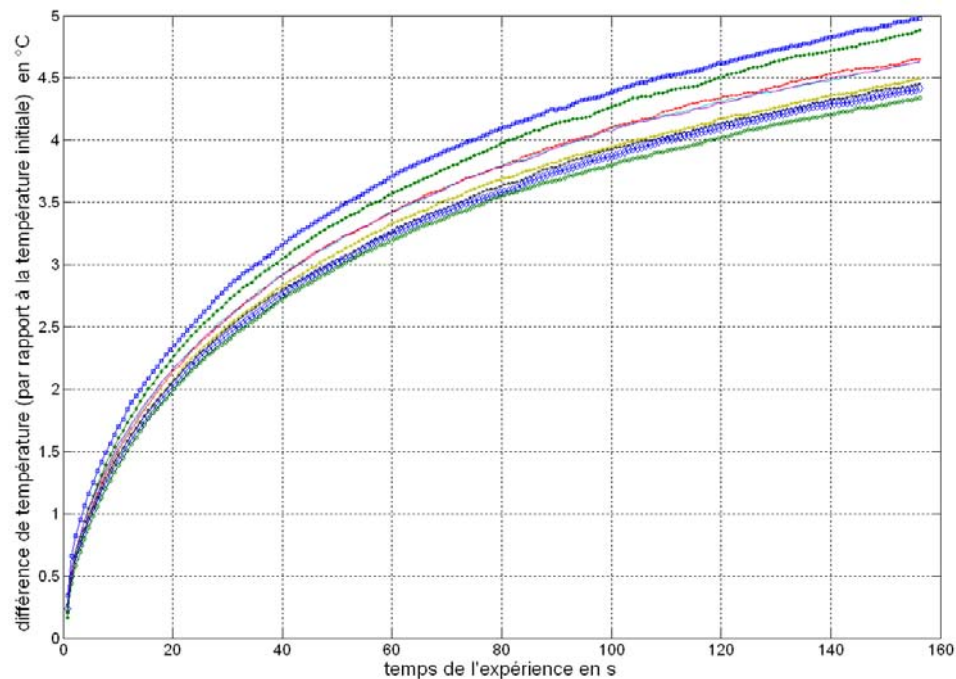


Figure 4.3 : Cycle de compression, éjection, et mesure de la conductivité thermique apparente

Problème de remplissage : l'état initial du milieu granulaire, en particulier sa densité relative initiale joue un rôle prépondérant pour l'évolution de son comportement mécanique.

Le caractère non répétitif de la porosité du milieu, obtenu à la mise en place de la poudre, ne facilite pas la compréhension du comportement de notre poudre. Pour mieux comprendre ce phénomène (rôle d'empilement), une expérience a été faite qui consiste à remplir la matrice avec de la poudre, et mesurer la variation de la température du milieu à l'aide d'un thermocouple intégré au centre. Avant chaque essai, on impose une petite vibration au milieu de telle façon à modifier seulement le réarrangement des grains, et non pas sa densité relative initiale, c'est-à-dire sans l'application d'une contrainte mécanique extrême. Après



modification du réarrangement des particules, on injecte un flux thermique dans le milieu, et on relève la température mesurée par le thermocouple. Les résultats sont reportés sur la figure 4.4. Nous constatons que la température change en fonction de l'empilement. L'obtention des résultats reproductibles est conditionnée à la formation des empilements contrôlés. Pour assurer une structure, nous avons travaillé sur des milieux de densité relative fixée obtenus toujours suivant la même procédure : la masse stockée dans la matrice est constante pour chaque essai, et le volume apparent est toujours le même. Le remplissage de la matrice est assurée par un tapis vibrant. Dans la littérature, la porosité finale des compacts après éjection ne dépend pas de la porosité initiale (de l'empilement), ni de la forme des particules[17]. Cette remarque est vraie si on travaille sur des fortes contraintes mécaniques. Pour de plus amples détails voir annexe 1 (effet de vitesse de compression).

Figure 4.4 : Effet du réarrangement des particules sur les mesures de températures

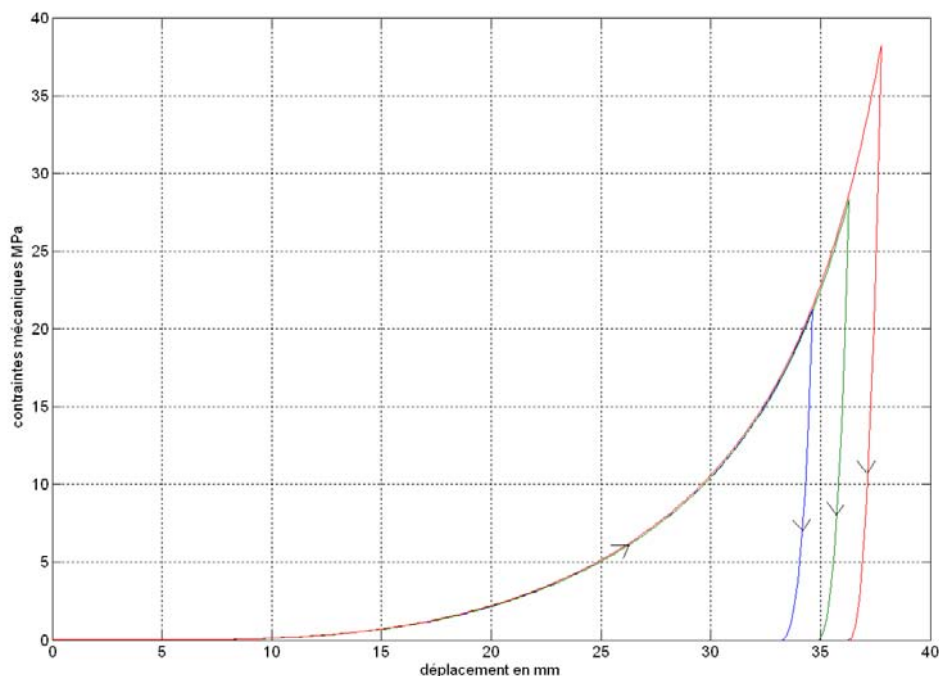
Détente des compacts : après éjection, et en absence des contraintes mécaniques appliquées, le compact commence à se dilater, et les dimensions radiales sont supérieures aux dimensions internes de la matrice à compression. La différence de ces rayons est appelée "rebond élastique". Ce rebond a été mesuré par Pavier [104] qui se définit par la différence entre le diamètre de la matrice et le diamètre du compact après éjection. La densité relative du milieu change en fonction du temps, et diminue jusqu'à une valeur minimale. Pour certaines poudres, ce phénomène de dilatation est négligeable, c'est le cas pour la poudre Avicel102. Pour éviter tout problème de relaxation du milieu, on suppose qu'on mesure des conductivités thermiques apparentes directement après éjection sans que le milieu ait le temps de se dilater. Nous pouvons vérifier cette hypothèse par la reproductibilité des mesures de conductivité thermique.

4.2.2 Caractérisation mécanique du milieu

4.2.2.1 Evolution de la densité relative en fonction des contraintes

Le graphe 4.5 illustre la charge/décharge de la poudre (microcristalline de cellulose) pour trois différentes contraintes mécaniques, c'est-à-dire de mesures du déplacement du piston dans le milieu en fonction de contraintes mécaniques appliquées sur celui ci. L'effet de l'empilement peut être vu sur la figure 4.5, qui montre clairement les effets de l'empilement au début de la phase de compression.

Pour de faibles contraintes mécaniques, le déplacement est important car les particules ont suffisamment d'espace pour que chaque particule occupe l'espace libre entre les particules voisines. En effet, lorsque les contraintes sont faibles (quelques dizaines de newton)



les grains se réarrangent, et le milieu répond par un comportement élastique. Cette phase de mise en ordre s'accompagne de fortes évolutions de la densité relative moyenne due à une réduction de forte amplitude du volume circonscrit par le piston. Pour cette phase, la réduction du volume initial présente 1/3 de la réduction totale du milieu.

Figure 4.5 : Contraintes mécaniques en fonction du déplacement

Lorsque les contraintes mécaniques augmentent, les grains commencent à perdre leur forme initiale. Pour les trois cas du graphe 4.5, quelle que soit la contrainte appliquée, la reproductibilité des mesures est bien vérifiée. Nous signalons que les résultats ne présentent pas un cycle de compression, mais une compression discontinue, c'est-à-dire, pour chaque contrainte appliquée, et à la fin de la compression nous éjectons le compact. Une fois que la valeur de la contrainte appliquée est atteinte, le compact commence à se dilater, c'est l'effet d'élasticité qui s'impose. Dans le cas de la poudre Avicel 102, la réduction du volume correspond pour les fortes valeurs de contraintes mécaniques à un facteur compris entre 4 et 5 environ. Il est à noter que ce facteur dépend exclusivement de la contrainte mécanique appliquée. La réduction du volume initial du milieu conduit à une augmentation de la densité relative du milieu, qui augmente de 0.22 vers 0.74 pour une contrainte maximale de 35MPa.

Après la phase de compression c'est la phase de décharge qui intervient. Durant cette phase, les efforts enregistrés sur le poinçon en fin de compression sont partiellement diminués. La figure 4.5 montre des exemples d'une décharge totale. Cette phase est accompagnée d'une petite augmentation du volume du milieu, qui peut être expliquée par la nature élastique de la poudre. En se basant sur ces observations (décrites plus haut), Nous pouvons conclure que l'Avicel 102 a un comportement élasto-plastique.

L'analyse macro-mécanique de la phase de compression requiert la détermination des évolutions de la densité relative en fonction des contraintes appliquées. En effet, pour des fortes contraintes mécaniques, le profil des contraintes en fonction du déplacement du piston dans le milieu devient linéaire, ceci est toujours valable si nous traçons le logarithme de l'inverse de la porosité en fonction de la densité relative. Du point de vue du comportement macro-mécanique, un des aspect fondamentaux concerne la modélisation de la compression des poudres. Il s'agit en effet de déterminer les équations de densification de la poudre. Concernant l'application des équations de densification, un point reste à signaler. Lors de la compression de la poudre, l'utilisation de l'équation de Heckel est adaptée. Dans ce contexte

nous supposons que les contraintes mécaniques appliquées sont fortes, par conséquent, nous admettons que les conditions d'utilisation de l'équation de Heckel sont vérifiées.

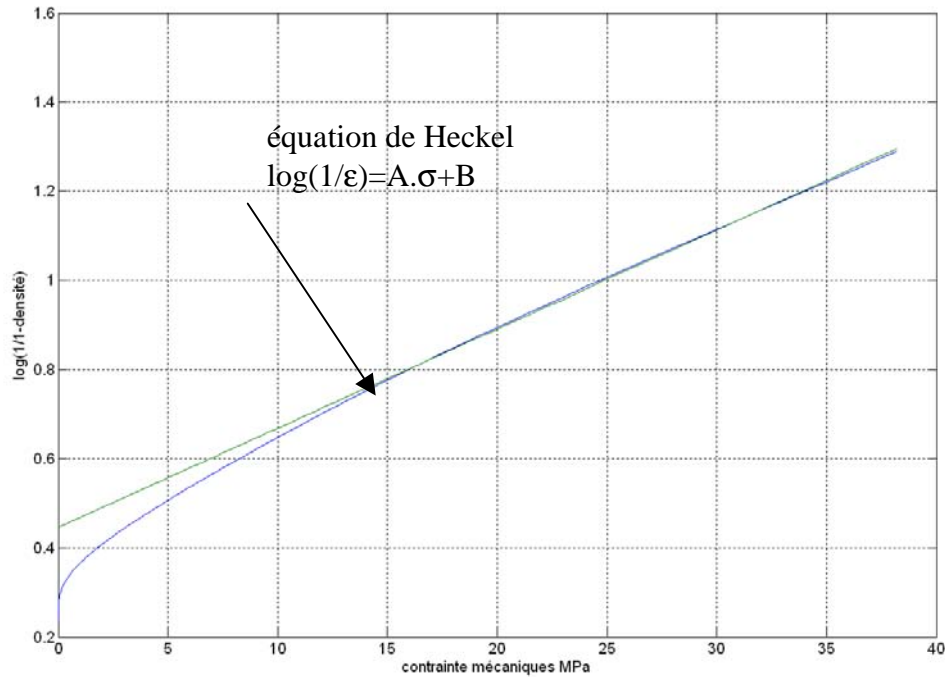


Figure 4.6 : Application de l'équation de Heckel

A partir d'un seuil de contraintes mécaniques, pour la poudre utilisée, la relation entre les contraintes mécaniques et la variation du logarithme de l'inverse de la porosité est linéaire. En se référant à la marge de contrainte calculée (contrainte supérieure au seuil), il est possible d'atteindre par un calcul simple les paramètres de Heckel de la poudre. L'application de la méthode présente toutefois des difficultés. En effet, pour le calcul des paramètres de Heckel, on est toujours confronté au problème du choix du seuil de contraintes, à partir duquel le profil devient linéaire. Nous admettons que notre marge de définitions de nos contraintes mécaniques est suffisamment supérieure à ce seuil, hypothèse qui nous permet de calculer les paramètres de l'équation de Heckel. Le traitement des données exposées ci-dessus a été appliqué. Ces résultats de compression nous conduisent à définir :

- La pente du profil permet une première qualification des phénomènes de la compressibilité, elle permet d'avoir une idée sur la facilité de comprimer la poudre.
- L'origine de la fonction dépend de la densité relative initiale.

Tout calcul fait, les valeurs des paramètres de Heckel sont :

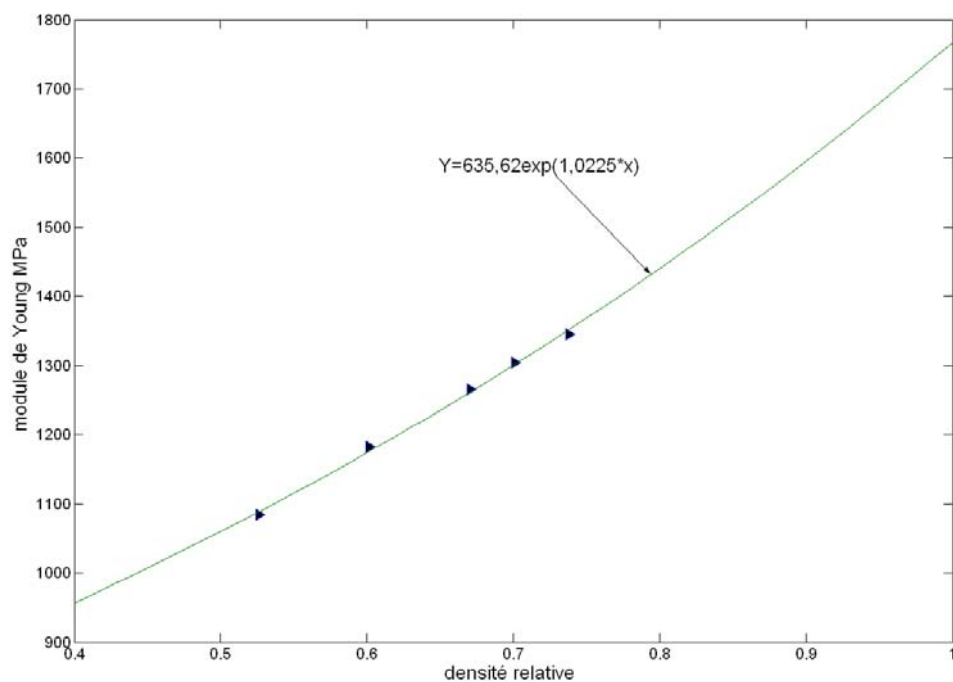
A : pente de l'équation de Heckel MPa^{-1}	$4.8 \cdot 10^{-2}$
B : origine de l'équation de Heckel	0.41

4.2.2.2 Mesure du Module de Young et coefficient de Poisson

La poudre est mise sous forme de compact en exerçant des incréments de compression pour différentes contraintes. Après éjection, la densité relative des compacts n'est pas la même. Une fois la densité relative de chaque compact est calculée, on colle les jauges de déformations sur chaque compact. En pratique, avant chaque compression, nous sommes obligés de prendre certaines précautions telles que :

- Pour chaque essai, ne pas modifier la structure morphologique des compacts. La densité relative initiale de chaque compact reste intacte.
- En appliquant la colle qui maintient la jauge, on suppose que les jauges de déformations se déforment de la même façon que les compacts.

Par le jeu des relations entre les contraintes mécaniques appliquées et la variation de résistances de déformation, il est possible de calculer le module de Young de chaque compact. Dans le cas qui nous préoccupe, la dépendance entre module de Young et densité relative est



vérifiée. Les résultats du module de Young sont présentés sur le graphe 4.7 suivant.

Figure 4.7 : Réponse du module de Young en fonction de la densité relative.

La procédure de calculs du module de Young avec cette méthode est délicate, demande beaucoup de précision, et surtout coûteuse pour vérifier la reproductibilité de mesures. Cette procédure nous a conduit à considérer un faible nombre de points de mesures et limite donc la précision de l'estimation du module de Young.

Sur la figure 4.7, nous remarquons que le module de Young augmente en fonction de la densité relative initiale du milieu, il apparaît que cette dépendance prend une fonction exponentielle croissante [39]. Comme on l'a vu dans le chapitre 1, le module de Young est croissant en fonction de la densité relative.

A partir des valeurs trouvés, il est possible de calculer le module de Young pour une densité relative maximale (porosité nulle). Pour atteindre cet objectif, nous procédons à une extrapolation de la fonction exponentielle. Pour une porosité nulle, nous trouvons un module de Young de l'ordre de 1,75 GPA.

La propriété principale de la méthode de jauge de déformation est de pouvoir calculer simultanément le module de Young et le coefficient de Poisson. Cette propriété est grandement mise à profit par un calcul de déformations axiales et radiales. Ainsi le jeu de relation entre ces deux dernières nous permet de calculer directement le coefficient de Poisson en fonction de la densité relative. Comme l'expose le chapitre 1, la variation du coefficient de Poisson est mineure. Il a été également démontré par ces expériences que cette remarque est valable pour la poudre Avicel 102. En effet, la valeur du coefficient de poisson est constante en fonction de la densité relative, cette valeur est de l'ordre 0.28.

4.2.3 Caractérisation thermique de la phase solide

Dans ce paragraphe, on s'intéressera aux mesures de la conductivité thermique apparente des compacts en fonction de leur densité relative (porosité). Cette méthode nous permet ensuite de calculer la conductivité thermique solide du milieu. On suppose que le taux d'humidité est négligeable dans tous les compacts. Sur le graphe 4.8, on a reporté les résultats de la variation de la conductivité thermique apparente en fonction de la densité relative. Le choix de la marge de définition de cette dernière est déterminant. En effet, la marge de la densité relative s'étale entre 0.22 (densité relative initiale) et 0.84 (densité relative maximale atteinte avec la machine à compression). Pour de faibles densités relatives, la poudre est sous

forme de grains. Par contre, pour des fortes valeurs de densité relative, la poudre est sous forme de compacts avec une porosité bien connue. Sur la figure 4.8, on voit clairement que la conductivité thermique apparente subit une brusque augmentation dès que la densité relative augmente. Les essais menés sur les compacts permettent d'identifier deux zones de variation de la conductivité thermique en fonction de la densité relative du milieu, notées respectivement F et C.

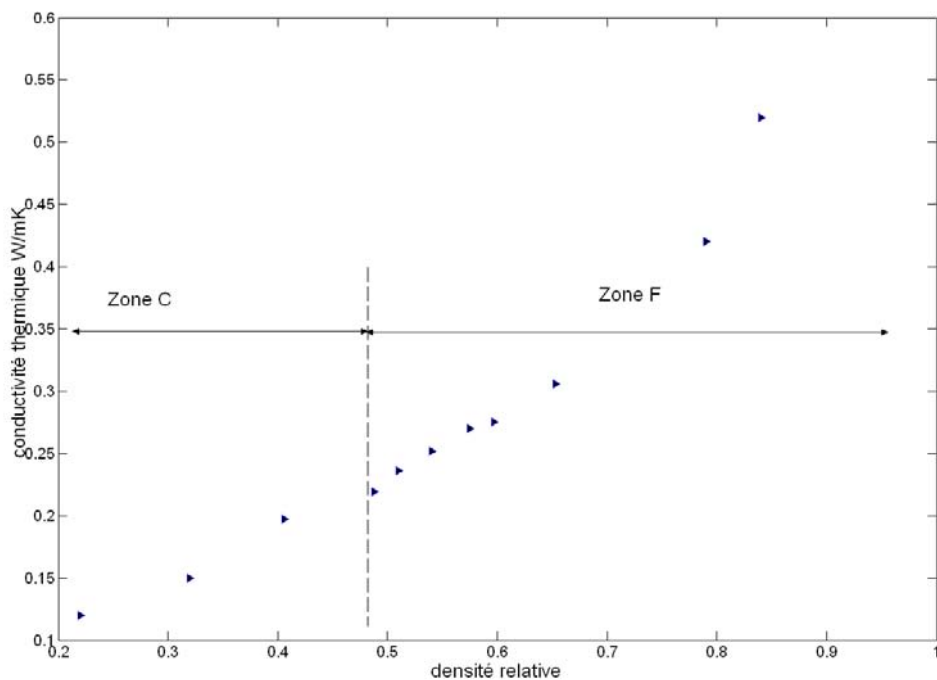


Figure 4.8 : Conductivité thermique apparente en fonction de la densité relative

Le graphe 4.9 présente de façon détaillée la zone F. Pour cette plage de densité relative, la poudre perd son aspect granulaire. Les compacts sont caractérisés par une forte (moyenne) densité relative et un état micro-mécanique du compact décrit par un grand nombre de contact par rapport à l'état initial, par conséquent une grande surface de contact.

Pour mieux montrer ces remarques, on peut les justifier par le calcul des contraintes de rupture pour chaque zone. Les modèles développés dans le chapitre 2 ont mis en évidence l'effet de la densité relative sur le calcul de la conductivité thermique, ce qui conduit à affirmer que la conductivité thermique dépend étroitement de la densité relative du milieu. En outre, la conductivité thermique augmente avec la densité relative, et le profil de conductivité thermique apparente est approché par une fonction exponentielle.

Dans la zone F (figure 4.9), la conductivité thermique apparente pour une densité relative égale à 1, peut être déterminée par une simple extrapolation de la fonction exponentielle. Tout calcul fait, nous trouvons que la valeur de la conductivité thermique apparente pour une densité relative égale à 1 est de l'ordre de 0.672 W/mK. Cette valeur, correspond à la valeur de la conductivité thermique de la phase solide.

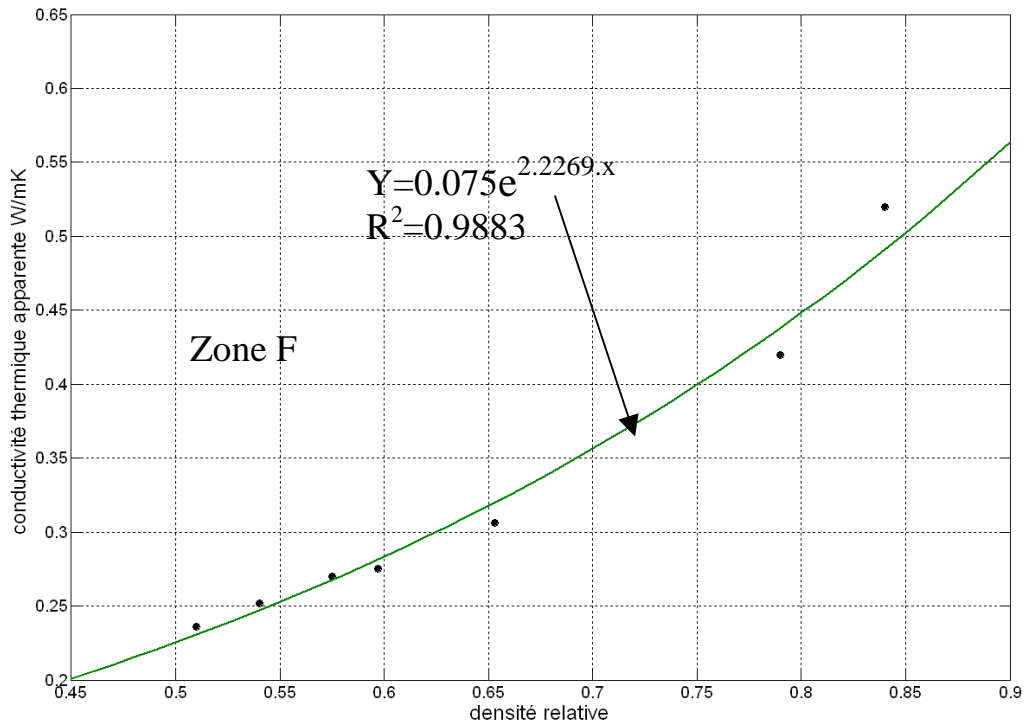


Figure 4.9 : Conductivité thermique en fonction de la densité relative.

Dans la zone C (figure 4.10), la courbe prend un comportement linéaire. Si on fait tendre le profil vers zéro, on mesure seulement la conductivité thermique de l'air, dans ce cas, on retrouve une conductivité thermique de 0.0257 W/mK, ce qui est en accord avec la vraie valeur de l'air 0.026 W/mK donnée à $T=20\text{ }^{\circ}\text{C}$, et $P=1\text{ atm}$.

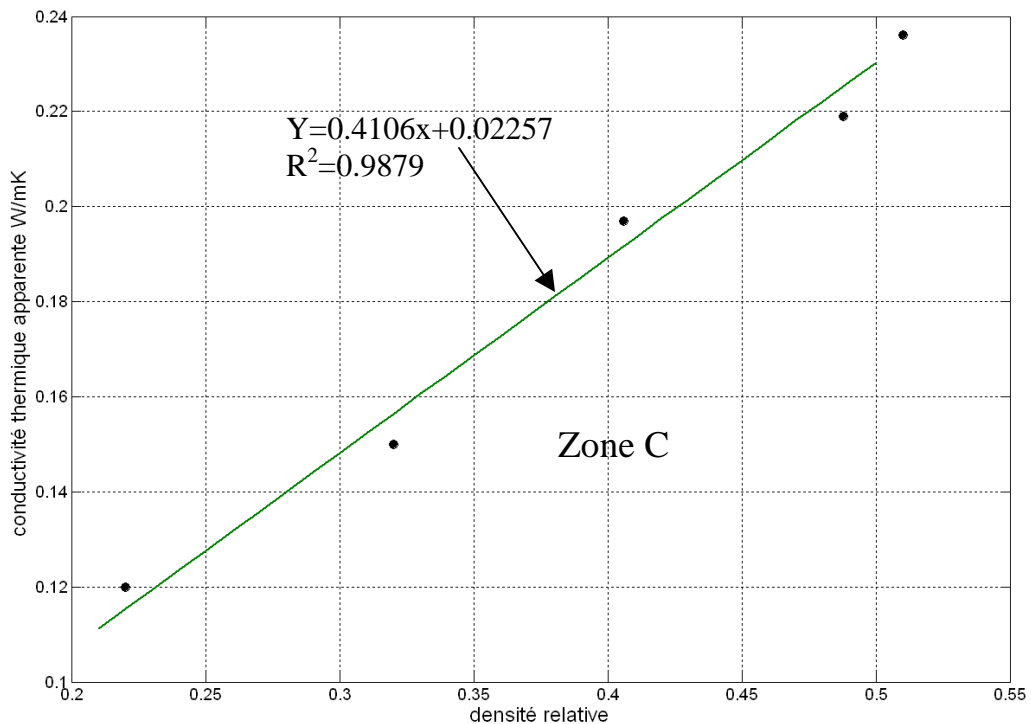


Figure 4.10 : Conductivité thermique en fonction de la densité relative (faibles densités).

Compte tenu des valeurs des conductivités thermiques des phases solide et fluide, on voulait comparer les mesures préliminaires (figure 4.8) avec les modèles exposés dans le chapitre 2. Ces modèles de calcul de la conductivité thermique doivent tenir compte seulement de 4 paramètres à noter : la conductivité thermique de la phase solide, de la phase fluide, la densité relative, et la porosité. Ces valeurs sont ensuite insérées dans les différents modèles du chapitre 2. Afin d'apprécier les résultats issus des modélisations faites avec ces modèles, la figure 4.11 compare les calculs prédits par ces modèles et les mesures faites par la méthode du Hot Disk.

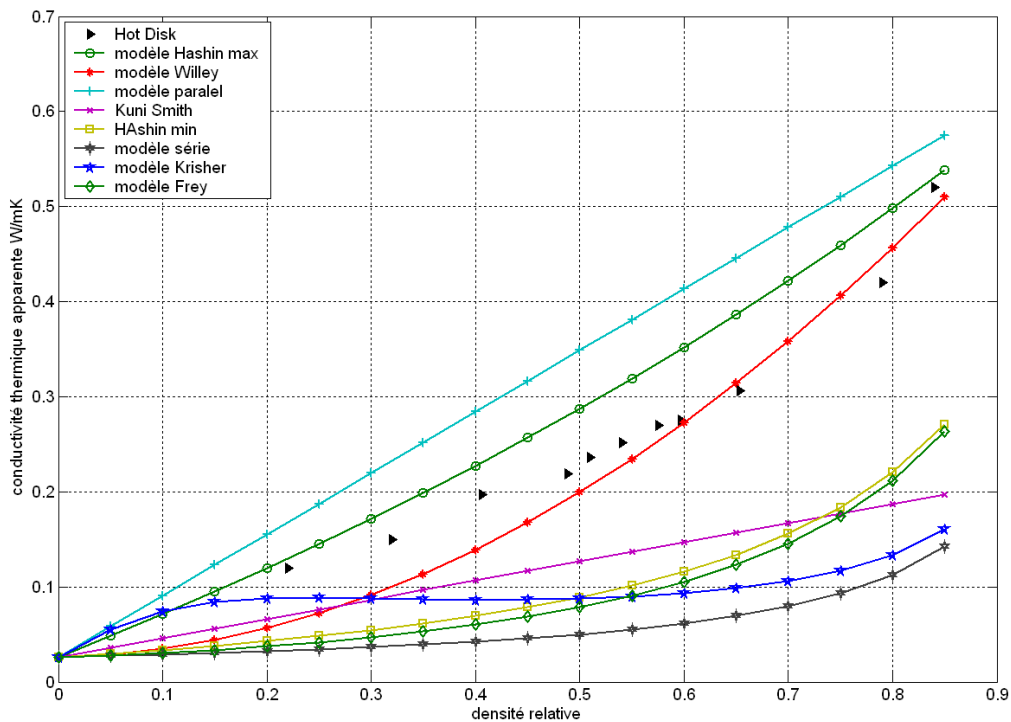


Figure 4.11 : Comparaison des résultats expérimentaux et les modèles de mesures

Le premier apport tiré de cette comparaison serait de démontrer que quelle que soit la conductivité thermique mesurée elle est toujours comprise entre les valeurs prédits avec le modèle série et parallèle. Ces mêmes informations peuvent nous démontrer que les mesures peuvent être approchées par le modèle Willey pour des fortes valeurs de la densité relative, et les valeurs simulées par les autres modèles sont relativement éloignées des mesures expérimentales. Il apparaît ainsi que pour de faibles valeurs de densité relative l'écart entre les calculs et les mesures expérimentales sont faibles surtout avec le modèle de Hashin.

4.3 Validation du modèle pour des contraintes homogènes dans le milieu

Avant d'aborder les résultats de la validation du modèle, quelques sur la reproductibilité/homogénéité des mesures sont proposées. En effet, La configuration de la méthode du Hot Disk avec deux échantillons (compacts) oblige à vérifier la symétrie du milieu. La première condition à vérifier, est que la densité relative des deux compacts est bien la même.

A l'état initial (sans application de contraintes mécaniques) la poudre est sous forme de grains avec une densité relative égale à 0,22. Nous lui appliquons une série de contraintes mécaniques variant entre 5 et 35 MPa. A la fin de la compression, la poudre devient un compact solide. Après éjection, nous mesurons la densité relative des deux pastilles (deux

série de compression avec la même contrainte). le graphe 4.12 illustre bien la densité relative de deux pastilles après éjection.

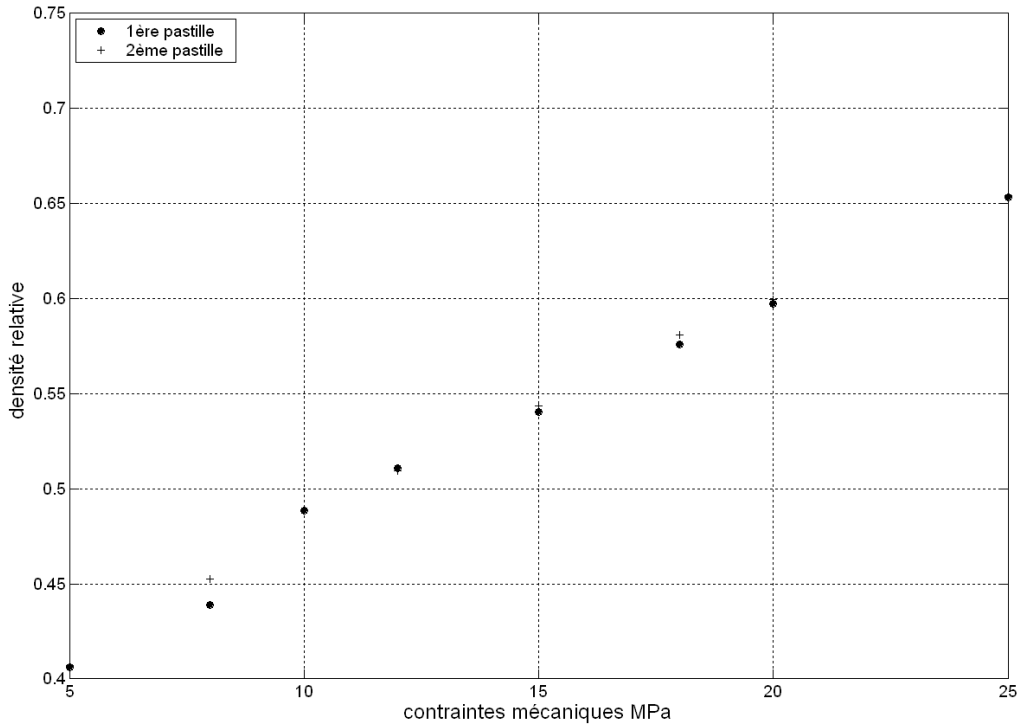


Figure 4.12 : Densité relative en fonction des contraintes mécaniques appliquées (étude de la reproductibilité des mesures).

A l'examen de la figure 4.12, on observe que les écarts de densité relative entre deux pastilles sont négligeables. Les tendances de la reproductibilité de mesures mises en évidence par le protocole de remplissage sont retrouvées.

Pour la validation des résultats théoriques du modèles développé, nous effectuerons des mesures de la conductivité thermiques apparente avec la méthode du hot Disk (figure 4.3). En effet, cette méthode nous permet de mesurer la conductivité thermique apparente du milieu sous ces deux états de forme (granulaire et condensé). Il existe différents types de résistances (diamètres différents), et pour respecter les conditions d'utilisation de la méthode du Hot Disk, nous avons choisi une sonde de diamètre 6 mm (le compact de diamètre 3 cm est supposé semi-infini par rapport à la sonde et aux temps de mesures).

Compte tenu de l'emplacement de la résistance (voir chapitre 2), le contact entre les deux compacts et cette résistance présente un problème de mesure au niveau de contact sonde/échantillon. Pour remédier à ce problème, nous appliquons une petite contrainte pour

assurer un contact parfait entre les deux compacts, de plus, on met une petite quantité de graisse thermique (une couche mince) entre les deux contact.

La constitution d'une base de données fiable est dans son principe un point important pour l'application de la simulation analytique. En tenant compte de ces résultats trouvés expérimentalement, ces derniers, sont ensuite insérés dans notre modèle analytique qui prévoit la variation de la conductivité thermique en fonction des contraintes mécaniques. Des comparaisons typiques entre la prévision théorique du modèle pour les calculs de la conductivité thermique apparente pour l'Avicel 102, et les résultats expérimentaux actuels sont montrées dans figure 4.13 .

À l'examen de la figure 4.13, on peut observer un accord entre les valeurs prédites par le modèle, et les résultats expérimentaux avec une erreur qui peut atteindre 10%. Il devient évident qu'en employant la poudre avec de plus grandes contraintes, la conductivité thermique apparente prévue augmente. Pour notre poudre cette augmentation atteint 200% par rapport à l'état initial. Le profil de conductivité thermique suit une fonction croissante en fonction des contraintes appliquées.

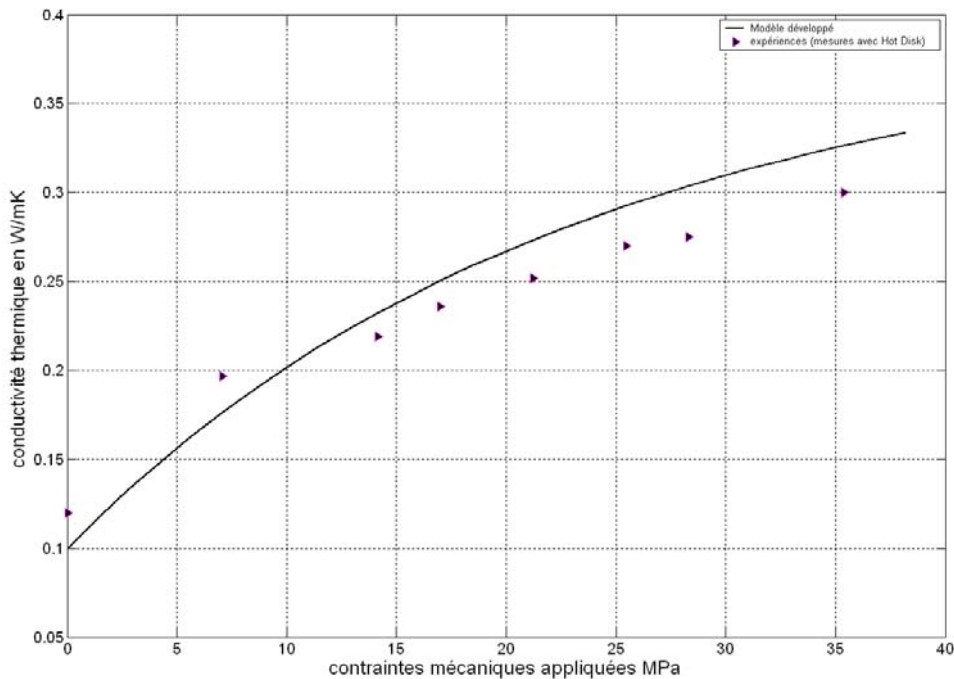


Figure 4.13 : Conductivité thermique en fonction des contraintes mécaniques poudre Avicel102 (compacts)

La valeur mesurée de la conductivité thermique est plus faible, avec un écart allant de 2% à 10% que la valeur prédite. Cet écart mérite quelques commentaires. En effet, la

méthode du Hot Disk repose sur des mesures de la conductivité thermique dans l'air, c'est-à-dire hors matrice, alors que le modèle prédit la variation de la conductivité thermique dans la matrice. Si l'on ne considère pas l'effet de la décharge/éjection de la poudre, les mesures présenteront une erreur de mesure qui dépendra des caractéristiques mécaniques de la poudre. La nature de déformation de l'Avicel 102 suit une déformation élasto-plastique, par conséquent il faut prendre en compte la variation de la densité relative après décharge. Une nouvelle estimation de la conductivité thermique en fonction des contraintes mécaniques peut être obtenue en déterminant une loi de comportement entre densité relative dans et hors matrice. Pour atteindre cet objectif on suppose que :

- la détente des compacts hors matrice est toujours négligeable.
- il existe une loi qui lie la densité relative du milieu avec charge (application d'une contrainte), et sans charge (sans application d'une charge).

Nous admettons que cet effet (charge/décharge) est bien vérifié pour notre cas. La figure montre, la relation qui lie la densité relative avec charge et densité relative du compact après éjection de la matrice.

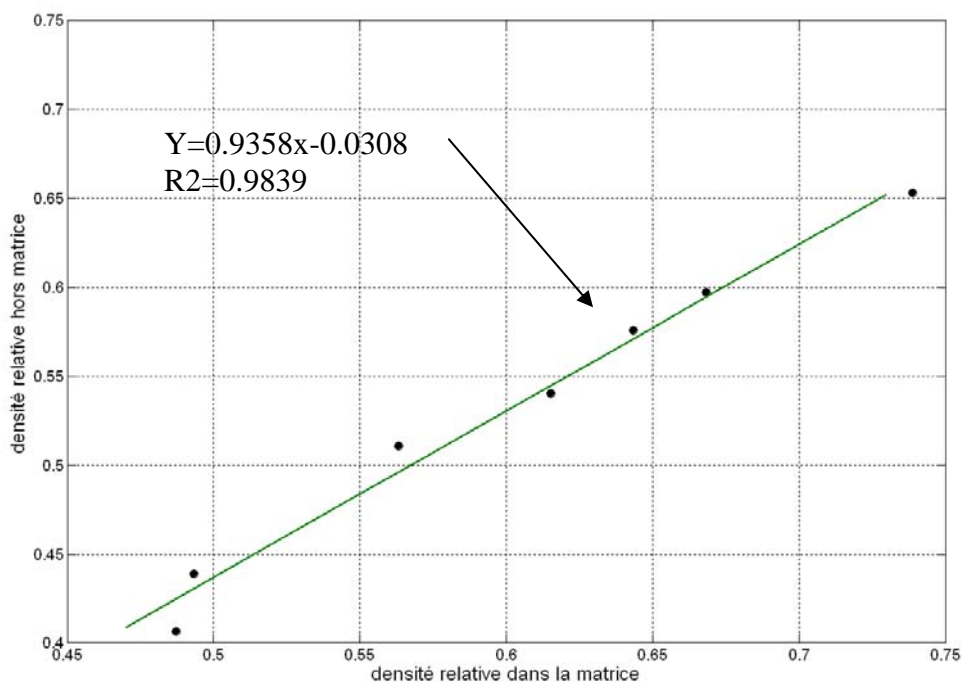


Figure 4.14 : Relation entre la densité relative avec et sans charge

L'effet des parois est pris en compte par l'intermédiaire d'une fonction linéaire liée au facteur de frottement de la poudre avec les parois. Ainsi il suffit de changer le type des

parois pour que cette loi (charge/éjection) change. Il résulte de cette remarque, de réécrire le modèle établi pour prendre en compte cette variation de la densité relative en fonction du mode de charge/décharge. Plus précisément, il conviendrait de diminuer légèrement la densité finale issue d'une compression uniaxiale. Cette hypothèse va cependant à l'encontre de ce qui est communément admis que le rôle des parois est de freiner la transmission des forces dans le milieu, par conséquent la densité relative dans la matrice est supérieure à la densité relative hors matrice. Dans le modèle établi, une fois la densité relative est calculée par l'équation de Heckel, une petite correction de cette dernière est fortement demandée. Cela se passe via l'utilisation de l'équation charge/décharge déjà trouvée plus haut.

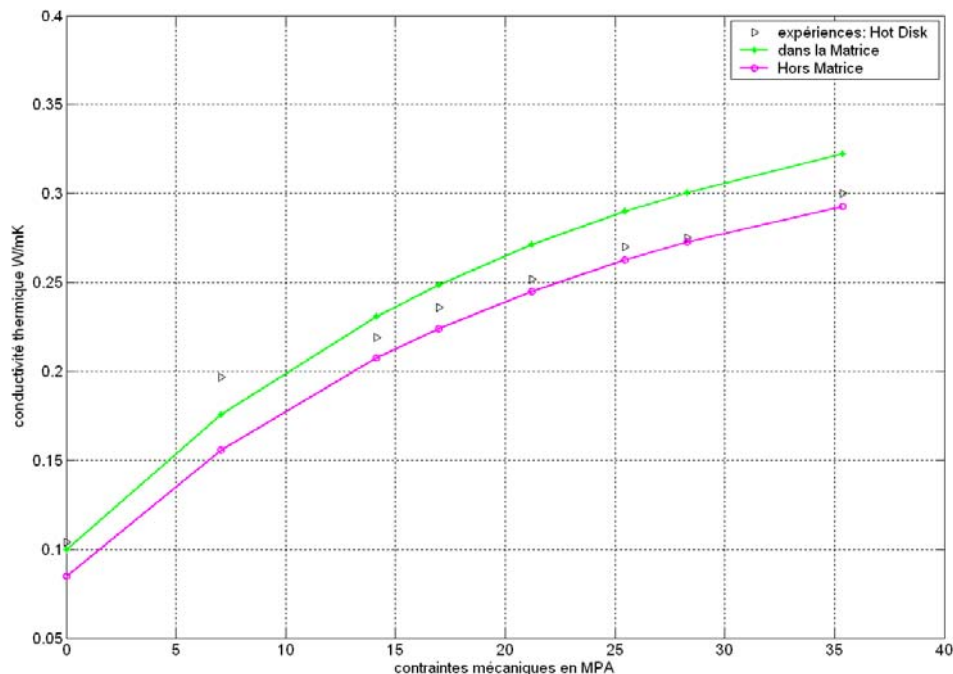


Figure 4.15 : Conductivité thermique apparente en fonction des contraintes mécaniques appliquées sur le milieu.

Le graphe 4.15 montre les résultats de cette modification. On voit clairement que les résultats du modèle modifié concordent mieux avec les résultats expérimentaux. Bien que la marge (figure 4.16) d'erreur du modèle atteint seulement 2% pour de fortes contraintes mécaniques, il est à noter que pour des faibles contraintes mécaniques, une grande différence entre résultats expérimentaux, et prédictions est remarquée, avec une erreur de plus de 20%. On peut réduire cette marge, d'une part en éliminant cette correction de déformation, vu que pour des faibles contraintes mécaniques, le phénomène élasto-plastique n'existe pas. D'autre part, en tenant compte de la variation du comportement mécanique en fonction de la plage des

contraintes utilisée. Le modèle proposé jusqu'à maintenant est par conséquent incomplet, et ne permet pas de décrire avec précision la réalité physique des transferts de chaleur pour des faibles contraintes mécaniques. Nous avons modifié le modèle développé plus haut afin de mieux interpréter nos résultats expérimentaux.

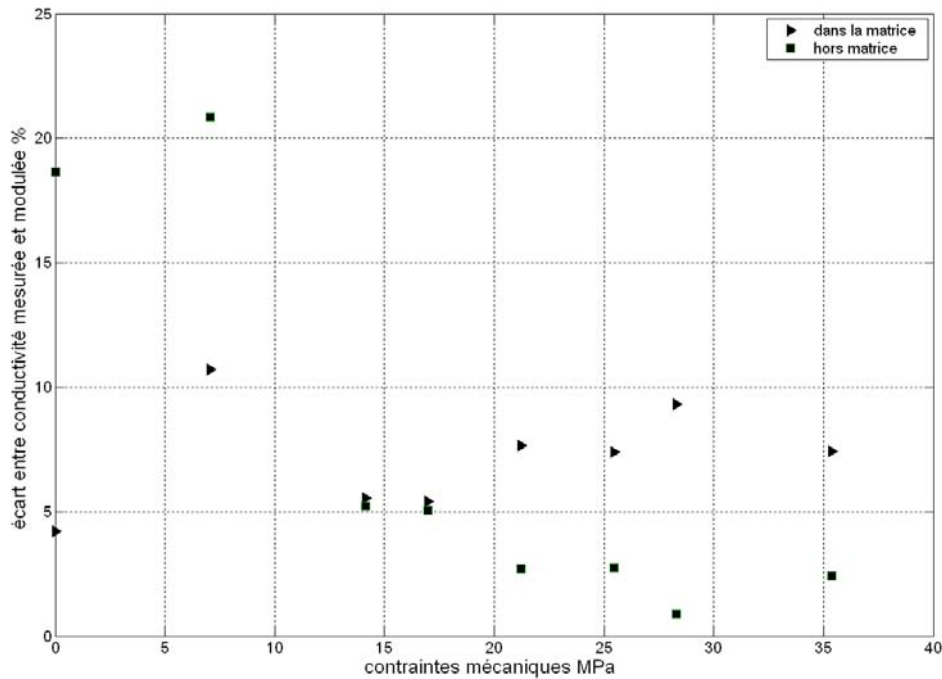


Figure 4.16 : écart d'erreur entre prédiction du modèle et résultats expérimentaux

Nous avons montré dans le chapitre 1 que l'équation de Heckel caractérise seulement les milieux soumis à des fortes contraintes mécaniques. Pour des faibles contraintes, l'équation de Kawakita donne des bons résultats. Nous nous sommes inspirés de ces remarques pour combler les carences du modèle rencontrées pour de faibles contraintes mécaniques. A l'application de la méthode de Kawakita pour la poudre de micro cristalline de cellulose nous avons trouvé les valeurs suivantes :

a constante de Kawakita	0.101
b constante de Kawakita	2.817

Nous insérons ces valeurs dans le modèle établi dans le chapitre 3. la Figure 4.17 présente une comparaison entre les calculs obtenus avec les deux équations de densification et les mesures expérimentales.

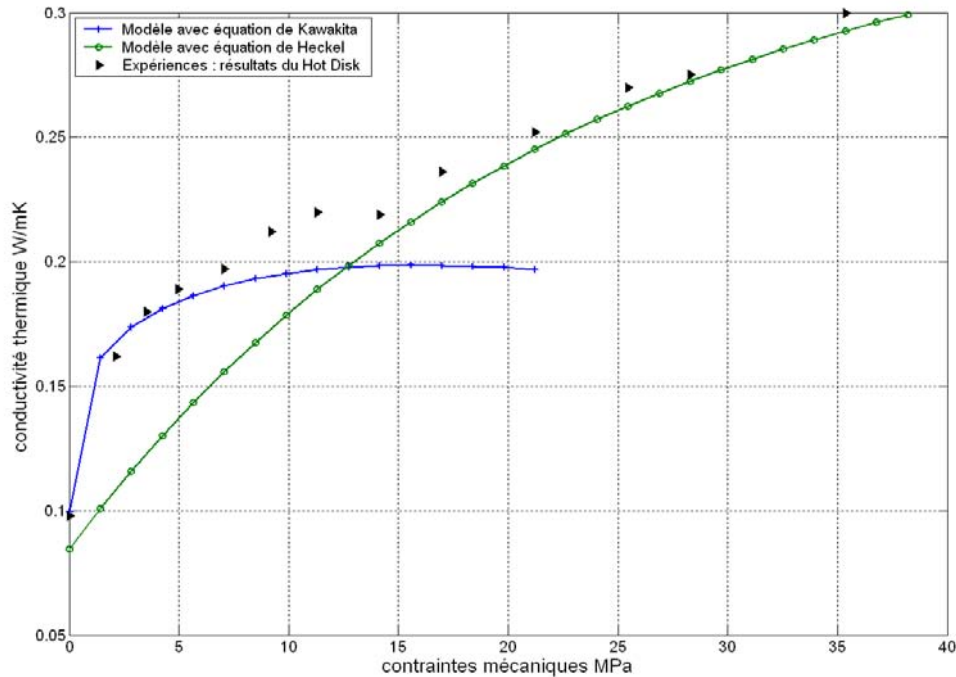


Figure 4.17 : Conductivité thermique en fonction des contraintes mécaniques

Les mesures de conductivité thermique de l'Avicel 102 ont été confrontées aux prédictions de notre modèle combiné. La comparaison s'effectue en deux étapes : dans un premier temps, nous avons utilisé le modèle développé avec l'équation de Kawakita. Dans un deuxième temps, nous avons utilisé le modèle développé avec l'équation de Heckel pour comparer nos valeurs expérimentales et les prédictions du modèles pour des fortes contraintes.

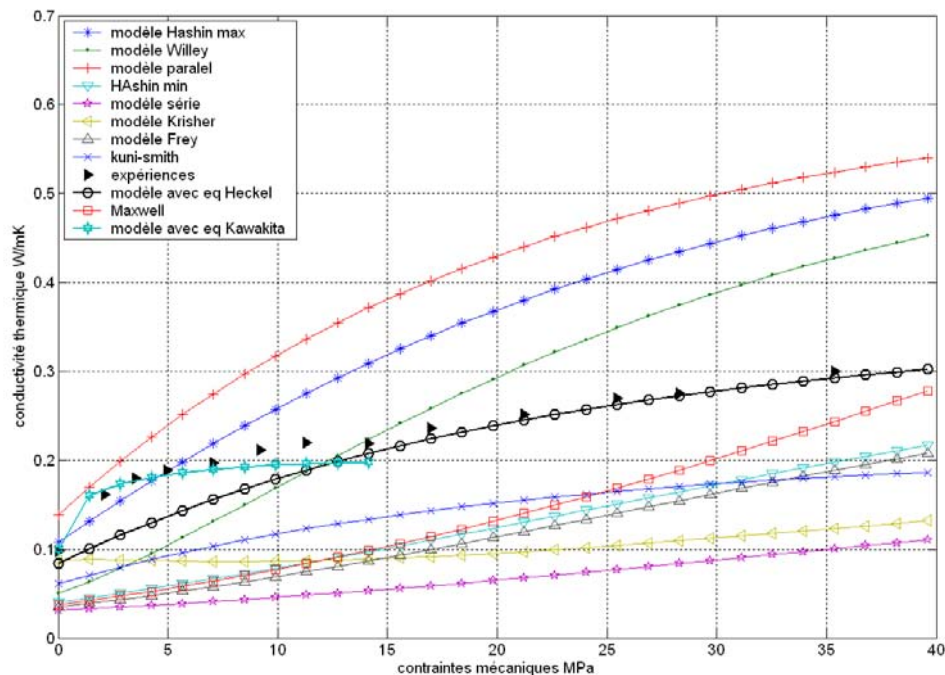
Pour des faibles contraintes mécaniques les résultats expérimentaux concordent mieux avec les prédictions du modèle développé avec l'équation de Kawakita. Dans cette plage de contraintes mécaniques, la conductivité thermique subit une grande augmentation par rapport à l'état initial. Lorsque les contraintes mécaniques continuent à augmenter, le modèle avec l'équation de Kawakita devient inadapté pour représenter les propriétés thermophysiques du milieu.

Pour des fortes contraintes mécaniques, le modèle avec l'équation de Heckel donne des bons résultats. En tenant compte des résultats du graphe 4.17, nous remarquons qu'il y a une phase de transition où le milieu change de comportement. Cela est dû à la présence d'une

compétitivité entre la porosité et les surfaces de contacts. En général, le transfert thermique s'effectue avec les deux types de conduction, c'est-à-dire à travers les surfaces de contact, et aussi à travers le fluide situé dans les pores. Pour des faibles contraintes, les surfaces de contact ne sont pas encore constituées où sont encore faibles. Le milieu commence par réduire le vide entre les particules, et par conséquent la porosité est le paramètre qui contrôle le transfert thermique au sein du milieu. Lorsque les contraintes mécaniques augmentent, les surfaces de contact commencent à s'agrandir. Pour cette plage de contraintes, le transfert thermique s'effectue à travers les surfaces de contact avec une constriction des lignes de flux autour des surfaces de contacts.

Il apparaît intéressant d'effectuer une comparaison qualitative entre les modèles de la littérature et les résultats du modèle développé. Cette comparaison est basée seulement sur les effets des contraintes mécaniques sur les calculs de la conductivité thermique apparente.

Revenons à la formule des modèles du chapitre 2, mais en y intégrant une équation de densification, c'est-à-dire que l'évolution de la porosité en fonction des contraintes sera rapprochée par l'équation de Heckel. Par ailleurs, la nouvelle écriture de ces modèles sera destinée à calculer la variation de la conductivité thermique en fonction des contraintes



mécaniques. Les résultats obtenus de ces modélisations sont représentés sur la figure 4.18

Figure 4.18 : Comparaison entre modèles

A l'écart du modèle développé dans cette thèse, la comparaison des conductivités thermiques calculées et mesurées montre que la prédiction de cette dernière à partir de ces modèles est insatisfaisante. Lors de mesures, par exemple, avec une contrainte de 25 MPa, les valeurs prédites ne s'accordent pas avec la mesure du Hot Disk puisque l'on constate des écarts de plus de 20 %. Les différences entre les valeurs prédites et les mesures pour des faibles contraintes sont petites. Soulignons le fait que pour cette plage de contraintes la porosité est forte, et intervient principalement pour le transfert au sein du milieu. Les modèles cités plus haut tiennent principalement de la porosité, il semble plus réaliste que les mesures effectuées dans cette plage sont proches des prédictions de ces modèles.

En revanche, pour des fortes contraintes mécaniques, les zones de contact s'ajoutent à la porosité pour faire croître la conductivité thermique apparente. Remarquons que dans notre cas, la porosité n'est pas encore nulle, par conséquent le transfert thermique s'effectue à travers les zones de contact et porosité. En conséquence, pour des fortes contraintes, les modèles ne donnent pas des bons résultats de prédictions.

L'ensemble de la simulation est réalisé sur plusieurs poudres différentes. Les mesures de la conductivité thermique pour certains milieux deviennent impossibles. En effet chaque poudre, est décrite par une pression critique pour former un compact [105] qui dépend de la résistance des matériaux. Pour la silice, les billes de verre, et le sable, on ne pouvait pas obtenir des compacts après éjection. La résistance du Hot Disk, sous l'effet des contraintes mécaniques, change de résistance, on peut dire que cette sonde n'est pas valable pour des fortes contraintes mécaniques.

Le modèle adopté pour prédire la conductivité thermique en fonction des contraintes mécaniques a été développé sur la base des arrangements réguliers de particules sphériques qui sont des cas idéaux. Concernant le nombre de contact, le modèle ne prend pas en compte les évolutions de ce dernier en fonction des contraintes mécaniques. La complexité à déterminer ce dernier et la nature de contact entre particules nous a contraint de ne pas prendre en compte l'effet des contraintes mécaniques sur la variation du nombre de contact. En effet, dans le modèle établi, on a supposé que le nombre de contact reste toujours constant. Dans un échantillon réel, les particules ne sont pas des sphères également classées d'une manière ordonnée. En outre, le nombre moyen de particules entourant une particule n'est pas 6, comme dans notre modèle, mais change généralement entre 6 et 14 [106]. Afin d'essayer de pousser un peu loin cette analyse, nous avons modifié le modèle pour prendre en compte l'effet du nombre de contacts. Pour atteindre cet objectif, les modèles de Hell [107] et de

Fleck [11] ont été intégrés dans la simulation décrite par le modèle établi. Plus généralement, ces modèles mis en œuvre sont de nature à permettre la détermination du paramètre du nombre de contacts par l'emploi des équations qui dépendent de la densité relative initiale et finale.

On revient à ce qu'on a décrit au début de ce chapitre. Pour interpréter le type de contact, on a adopté la méthode de Hertz où la surface de contact suit une loi de polynôme d'ordre 1/3, de plus, dans le paragraphe 2.1, nous avons démontré que le nombre de contact est toujours compris entre deux valeurs, la valeur inférieure dépend de la densité relative initiale du milieu, et une valeur maximale qui dépend des contraintes mécaniques appliquées. L'idée est de dire que le nombre de contact suit la même fonction que l'évolution de la surface de contact, c'est-à-dire une fonction polynomiale d'ordre 1/3. En tenant compte des résultats expérimentaux ainsi que de l'étude de la sensibilité au nombre de contact, nous pouvons conclure que la variation du nombre de contact sera trop petite. Dans la littérature Fleck propose une équation qui peut déterminer le nombre de contact d'un tel milieu en fonction des contraintes mécaniques.

$$n = n_0 + f(\alpha^{1/3}) \quad (4.1)$$

Où n_0 est le nombre de contacts initial par particule.

Le graphe 4.19, compare les résultats simulés respectivement avec le modèle Hell, Fleck, et un nombre de contact constant. Dans le modèle, nous avons supposé que le nombre de contact est toujours constant et égal à 6.

Dans le modèle de Hell [107], le nombre de contacts varie suivant la fonction suivante :

$$n = 12\alpha \quad (4.2)$$

Fleck propose l'équation suivante, on trouve que le nombre de contact vaut :

$$n = n_0 + C \left(\left(\frac{\alpha}{\alpha_0} \right)^{1/3} - 1 \right) \quad (4.3)$$

pour la description de Fleck, nous avons pris $C=1$, ainsi que le nombre initial de contacts égal à 6.

A l'examen des résultats de la Figure 4.19 nous pouvons remarquer que pour le modèle intégrant un nombre de contacts de Hell, et pour des faibles contraintes, c'est-à-dire des faibles valeurs de la densité relative, le nombre de contact est faible. nous constatons qu'il y a un énorme écart entre les résultats du modèle et les résultats expérimentaux. Le phénomène est aussi remarqué dès que le nombre de contact devient élevé. On voit que les

résultats du modèle avec un nombre de contacts variant (modèle de Fleck) concordent bien avec les résultats du Hot Disk, cependant, nous remarquons un léger écart entre modèle avec contact constant et modèle avec contact variant (modèle avec contact de Fleck). Une brève conclusion, consiste à dire, d'après les résultats expérimentaux, et pour la plage des contraintes mécaniques utilisée que le nombre de contact n'influence pas la conductivité thermique du milieu.

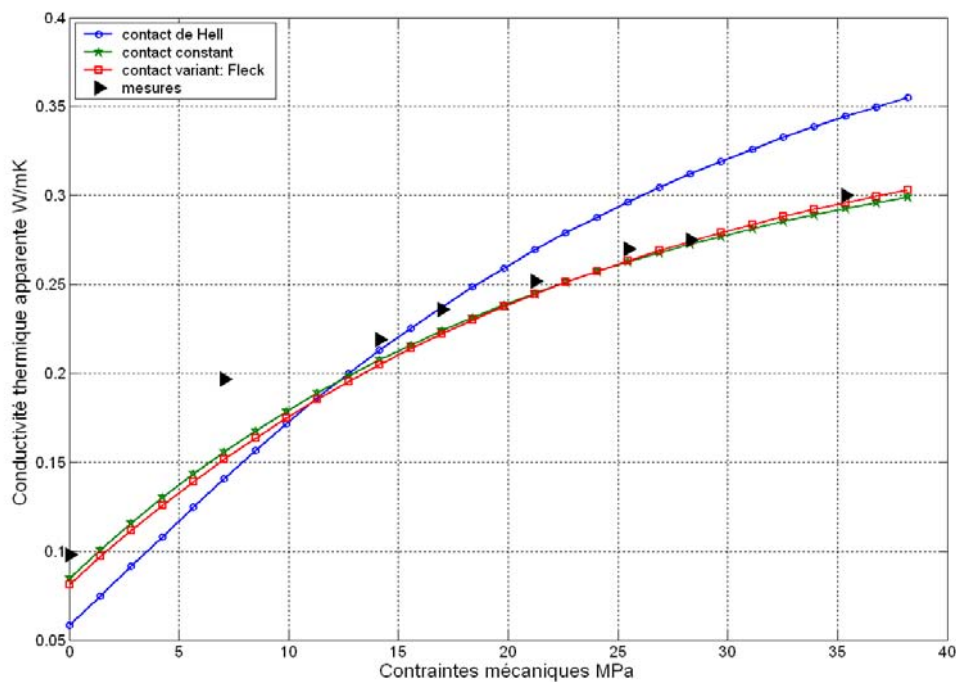


Figure 4.19 : Conductivité thermique en fonction du nombre de contact.

Pour continuer à étudier l'influence du nombre de contact sur la variation de la conductivité thermique apparente, nous avons élargi la plage des contraintes mécaniques utilisées. Nous avons étendu notre définition de contraintes pour des fortes contraintes mécaniques (voir Figure 4.20).

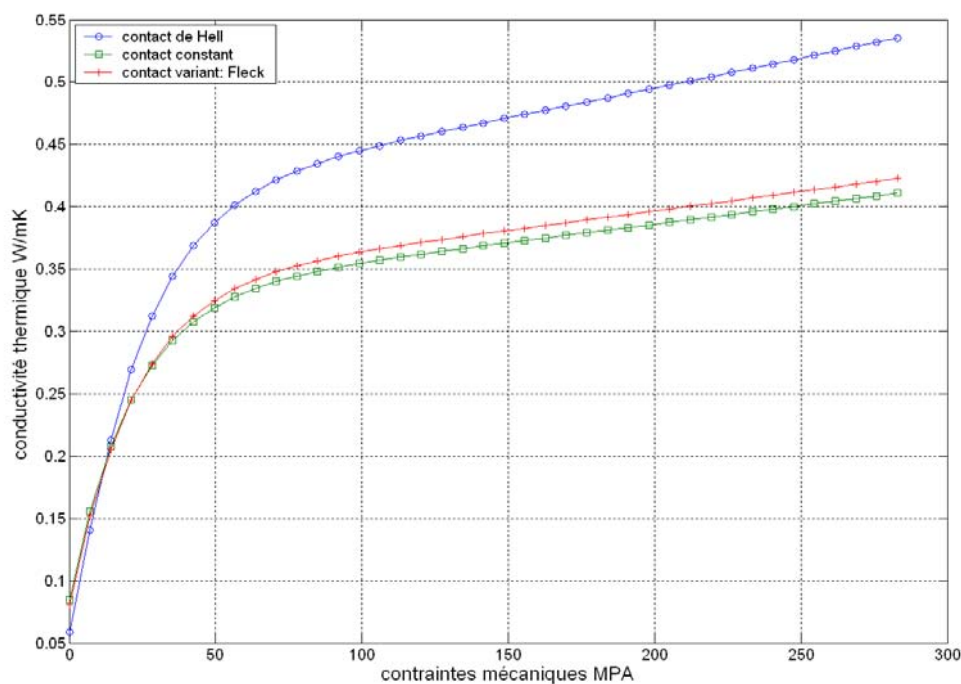


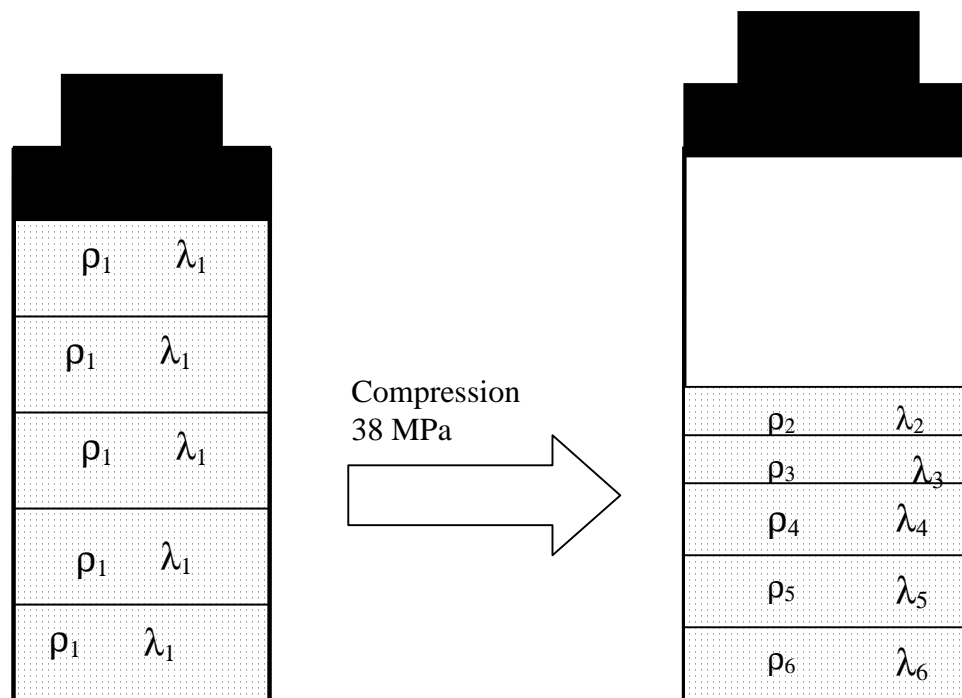
Figure 4.20 : Conductivité thermique en fonction des contraintes mécaniques pour différents modèles.

Bien que la conductivité thermique ne soit pas sensible à la variation du nombre de contact pour des faibles contraintes mécanique, il nous a semblé indispensable d'analyser les réponses du modèle pour des contraintes proches des contraintes critiques. A partir de 50MPa, le comportement thermophysique de la poudre change. Dans cette zone de contraintes mécaniques, le rapport entre la densité relative finale et initiale devient grand, par conséquent la variation du nombre de contact augmente.

Le modèle développé dans ce chapitre fournit des résultats significativement différents des deux autres modèles (modèles avec nombre de contact variant). Ces différences de valeurs sont remarquables pour des fortes contraintes mécaniques allant de 100 MPa à 400 MPa. On peut imputer cet écart à la variation du nombre de contact en fonction des contraintes mécaniques appliquées qui devient élevé pour des fortes valeurs de densité relative. La figure 4.20 met nettement en évidence l'influence du nombre de contacts, qui varie en fonction des contraintes mécaniques. Nous ne pouvons toutefois pas tester ces conclusions citées plus haut, puisque nous ne pouvons pas effectuer des expériences pour ce niveau de contraintes mécaniques.

4.4 Validation du modèle pour des contraintes hétérogènes dans le milieu

Jusqu'à présent, nous avons supposé que les contraintes mécaniques sont homogènes dans le silo, puisqu'on travaillait sur des petits échantillons (le rapport entre les dimensions est presque 1), mais dès qu'on travaille sur des échantillons de grande échelle, cette hypothèse n'est plus valable. Nous avons démontré dans le paragraphe 4.3 du chapitre 1 que les contraintes mécaniques varient avec la profondeur. Les répartitions de contraintes mécaniques conservent un grand intérêt lorsque les différences relatives entre zones du milieu sont analysées. Pour parvenir à respecter cette variation de densité relative en fonction de la profondeur, nous avons développé un dispositif simple (figure 4.22), qui décrit le problème. En effet, nous avons utilisé un milieu stratifié de plusieurs strates où chaque strate est présentée par un compact de densité relative bien connue. Nous supposons que le milieu est continu, et qu'il n'y a pas de vide entre les strates. La méthode consiste à empiler, un nombre de compacts de même densité relative dans une matrice. Le choix de la densité relative initiale de chaque strate est définie, et égale à 0,64, qui est la valeur théorique pour un empilement



dense aléatoire. Le milieu stratifié a la même densité relative initiale.

Figure 4.21 : Calcul de la conductivité thermique par stratification:

Le milieu subît une compression d'une valeur de 38 MPa, qui modifiera la densité relative de chaque strate du milieu. Après éjection, nous mesurons la conductivité thermique, et la densité relative de chaque strate.



Figure 4.22 :Machine de compression (Instron) avec méthode des strates

Le graphe 4.23, présente la variation de la densité relative, et de la conductivité thermique apparente en fonction de la hauteur. Pour présenter ces valeurs, nous admettons qu'elles correspondent aux mesures de la conductivité thermique, et de la densité relative au centre de chaque strate. Les mesures expérimentales sont faites hors matrice. Nous constatons une similitude dans l'évolution de la densité relative et de la conductivité thermique en fonction de la profondeur. La conductivité thermique apparente varie en fonction de la profondeur, et nous admettons que cette variation est due à la variation des contraintes mécaniques dans la matrice de compression. Le profil de la densité relative en fonction de la profondeur est identique à celui de la conductivité thermique en fonction de la profondeur. La procédure de stratification par des compacts peut être qualifiée comme une démarche très intéressante.

Par ailleurs, cette méthode de stratification par empilement des compacts permet d'affirmer que la conductivité thermique apparente n'est pas homogène dans un milieu granulaire, et présente une propriété locale. A partir de cette dernière remarque et en se basant sur la solution analytique liant la conductivité thermique apparente et les contraintes mécaniques, nous avons démontré indirectement que les contraintes mécaniques dans un milieu granulaire sont des mesures locales qui dépendent de la profondeur.

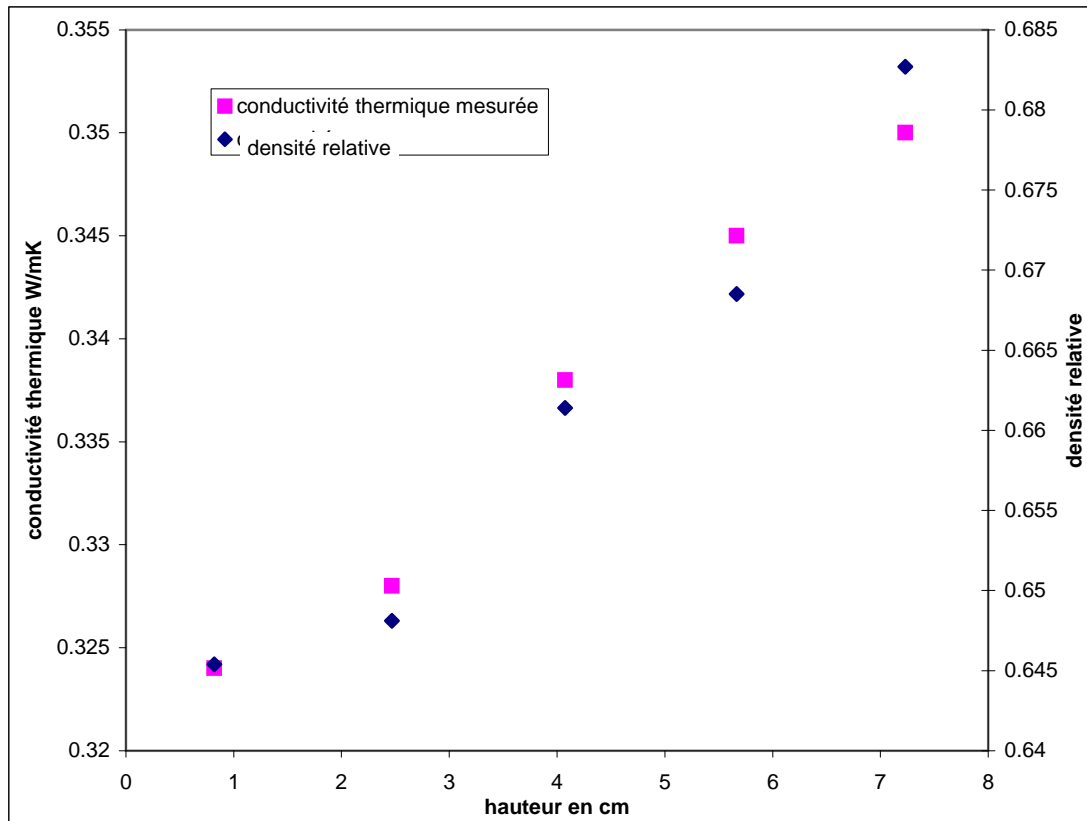


Figure 4.23: Réponse de la conductivité thermique et la densité relative en fonction de la profondeur

4.4.1 Calcul des contraintes mécaniques avec la méthode de Janssen

La figure 4.24, présente une comparaison entre le calcul par équation de Janssen des contraintes mécaniques en fonction de la profondeur, et les contraintes moyennes calculées au centre de chaque strate. Chaque strate du milieu est discrétisée en 1000 couches, et la contrainte moyenne est égale à la valeur moyenne des contraintes mécanique de ces couches.

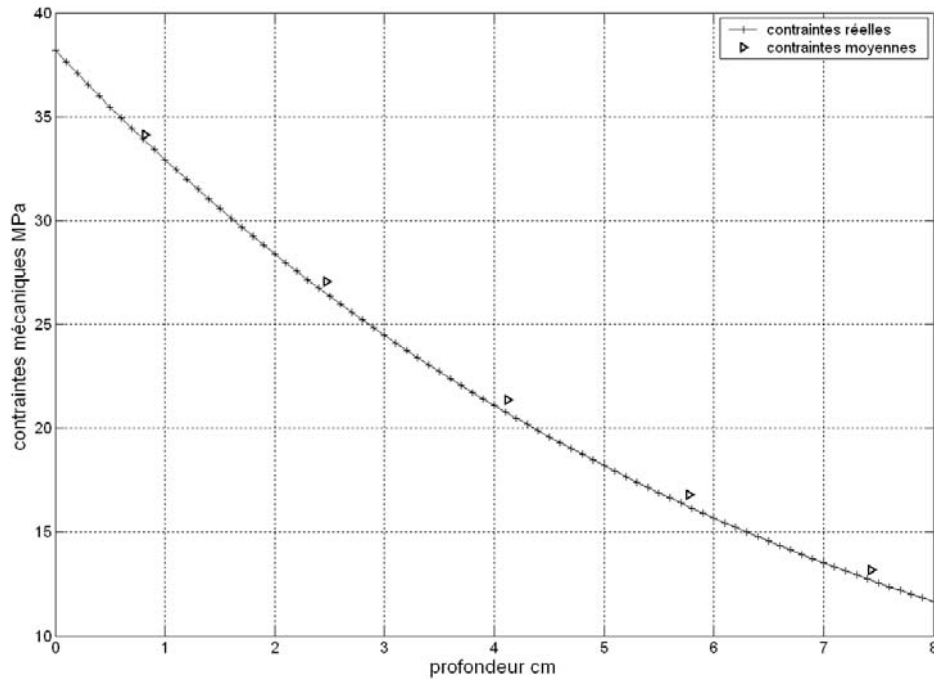


Figure 4.24 : Contraintes mécanique en fonction de la profondeur

4.4.2 Estimation de la conductivité thermique en fonction de la profondeur

Dans le modèle développé, nous prenons une cellule élémentaire pour chaque strate. Les contraintes mécaniques varient en fonction de la profondeur, par conséquent la surface de contact varie aussi en fonction de la profondeur. Nous admettons que dans chaque strate, la compacité est constante, c'est-à-dire que dans chaque strate, le modèle décrit au chapitre 3 est toujours valable. Pour le calcul de la conductivité thermique de chaque strate, il suffit de remplacer la contrainte mécanique par une contrainte mécanique moyenne qui lui correspond. Le comportement mécanique de chaque strate est le même. Par conséquent les valeurs des paramètres de l'équation de Heckel sont les mêmes pour chaque strate.

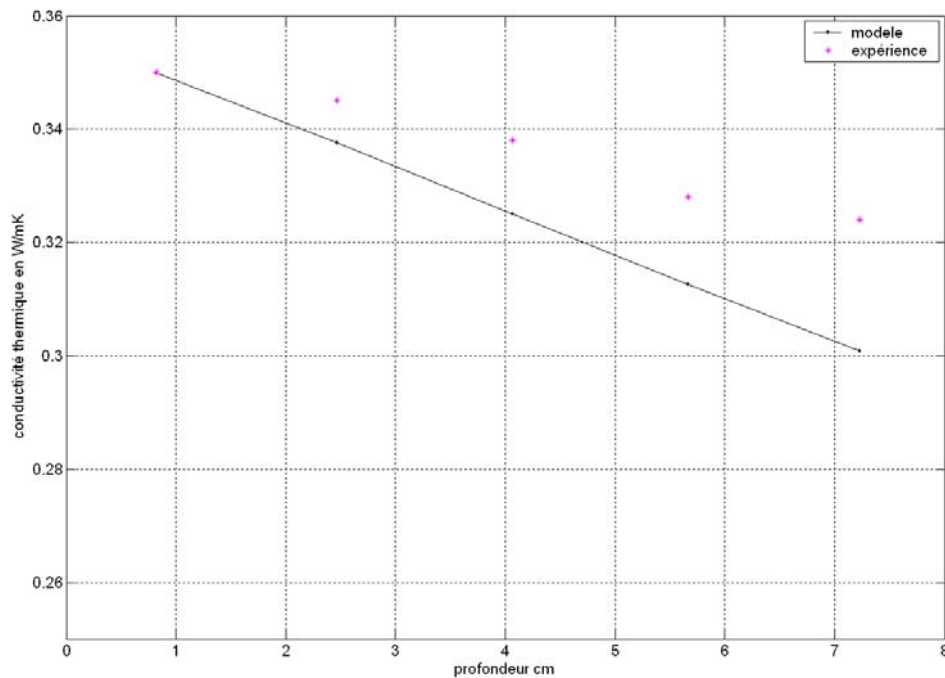


Figure 4.25: Conductivité thermique apparente en fonction de la profondeur

Les différentes valeurs des contraintes mécaniques en fonction de la profondeur sont insérées dans le modèle, qui calcule la conductivité thermique strate par strate. Le dépouillement des résultats trouvés (figure 4.25), montre que la conductivité thermique diminue en s'éloignant du piston. Les couches profondes ne sont pas sensibles aux contraintes mécaniques, en raison de la redistribution des contraintes mécaniques vers les parois. L'écart entre les valeurs expérimentales et les valeurs prédites atteignent 8% pour la couche la plus profonde.

Un point important de l'analyse porte sur les conséquences possibles de l'approximation du facteur de transmission de forces. En effet, la conductivité thermique des couches profondes dépend de ce paramètre. A partir des mesures et les prédictions du modèle nous pouvons réduire la marge de définition de ce facteur de transmission.

4.5 Effet du mélange de deux poudres sur le transfert thermique

Il n'y a pas de procédés en chimie, pharmacie, alimentaires, ainsi que d'autres secteurs où n'interviendra à un moment donné une opération de mélange. Dans un mélange de deux poudres, et en fonction de la compressibilité des différents constituants ainsi que des volumes à mélanger (c'est-à-dire taux de concentration de chaque constituant), il est plus au moins facile de satisfaire aux critères de mélange [108]. Le mélange de deux poudres dépend

de la taille de chaque poudre, par exemple si le rapport de taille de particule entre les deux milieux mélangés est inférieur à 4, les particules très fines occuperont les pores laissés par les grosses particules, dans ce cas on parle du phénomène pénétration des particules. Le mélange est homogène, optimum si dans chaque volume du milieu le rapport est bien respecté, mais c'est difficile à réaliser. On admet que nous manquons actuellement de l'expertise fondamentale de la connaissance et de technologie capable de concevoir des processus fiables pour l'obtention d'un milieu homogène incluant deux ingrédients granulaires, malgré les efforts faits pendant ces dernières années en se basant sur la méthode des éléments finis.

Rappelons que dans l'étude de la sensibilité de la conductivité thermique à la conductivité de la phase fluide n'est pas négligeable pour des fortes valeurs de conductivité thermique de la phase fluide. Une masse de poudre Avicel102 (11 g) avec une taille de particule égale 100 μm est mélangée avec masse (1 g) de poudre de avicel105, dans un mélangeur, nous admettons que le mélange est cohérent. La distribution des particules fines est homogène dans le milieu final. Le mélange subit une série de compression.

La figure 4.26 illustre la variation du déplacement du piston dans le milieu en fonction des contraintes mécaniques appliquées sur le mélange (mélange de l'Avicel 102 et de l'Avicel 105). Le comportement mécanique est identique pour les cinq compressions, ainsi la reproductibilité de mesures est bien vérifiée. A la fin de la compression, le mélange devient un compact solide.

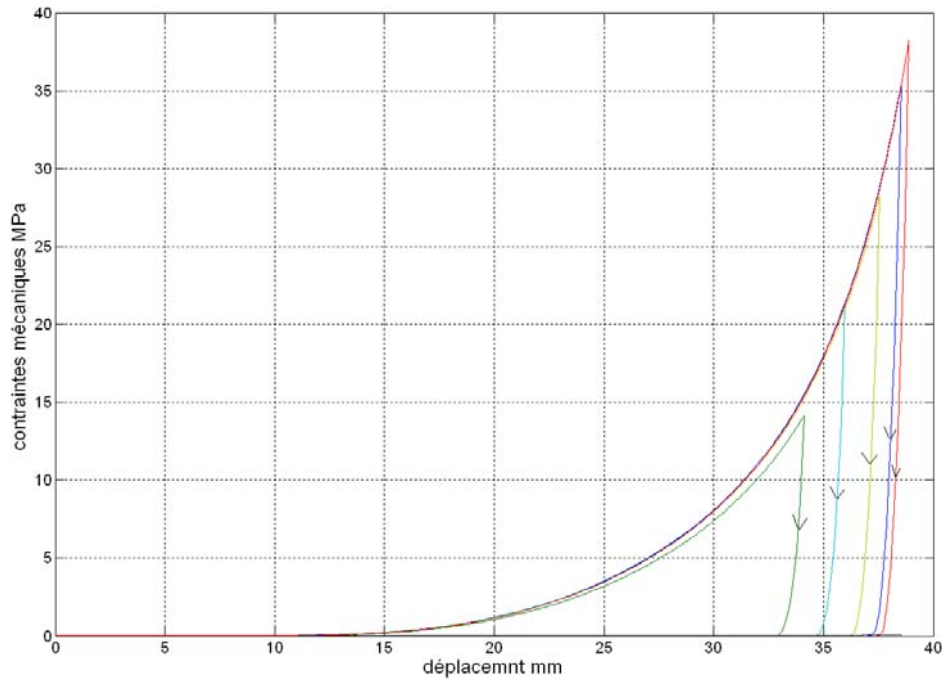


Figure 4.26 : Contraintes mécaniques en fonction du déplacement.

Après éjection des compacts, nous calculons la conductivité thermique apparente de chaque compact. Pour le calcul de la conductivité thermique, nous procédons comme suivant :

1. Les particules fines vont occuper les espaces libres situés entre les grosses particules, on suppose que le volume apparent reste constant. Le nombre de contact dans le milieu augmente. Pour calculer ce dernier après ajout, il suffit de calculer le rapport entre variation de la densité relative initial et la densité relative après mélange.
2. les deux constituants du mélange sont de même nature. La conductivité thermique solide du milieu total n'est que la conductivité thermique solide de l'Avicel 102.
3. la compressibilité du mélange est celle de la compressibilité de l'Avicel 102.
4. le taux d'ajout d'Avicel 105 est important, et on néglige la surface de contact entre particules 105 et 102. le changement de la conductivité thermique est dû à l'augmentation du nombre de contact, et la surface de contact entre particules 102.

Le milieu initial constitué seulement de l'Avicel 102 (sans ajout d'Avicel 102) a une densité relative initiale α_0 , après l'ajout Avicel 105, la densité relative du mélange augmente puisque les particules très fines vont occuper les pores.

Nous basons le calcul de cette variation de la densité relative sur la relation suivante :

$$V_{sajouté} = \frac{m_{ajouté}}{\rho_{vraie(avicel.105)}} \quad (4.4)$$

La nouvelle densité relative du mélange devient :

$$\alpha = \alpha_0 + \Delta\alpha \quad (4.5)$$

où

$$\Delta\alpha = \frac{V_{sajouté}}{V_{app}} \quad (4.6)$$

Pour le calcul de la conductivité thermique, nous négligeons le flux qui traverse la surface de contact entre une particule d'Avicel 102 et 105, car la surface de contact entre ces deux particules est négligeable devant la surface de contact entre deux particules d'Avicel 102. De plus, le mélange a le même comportement thermomécanique que celui de la poudre de l'Avicel 102, à savoir, les mêmes paramètres de l'équation de Heckel, et même conductivité thermique de la phase solide. Nous supposons que le mélange avec une densité relative α est identique à un milieu constitué seulement de particules d'avicel 102 et qui a la même densité relative que le mélange. La figure 4.27 décrit la méthodologie de nos calculs.

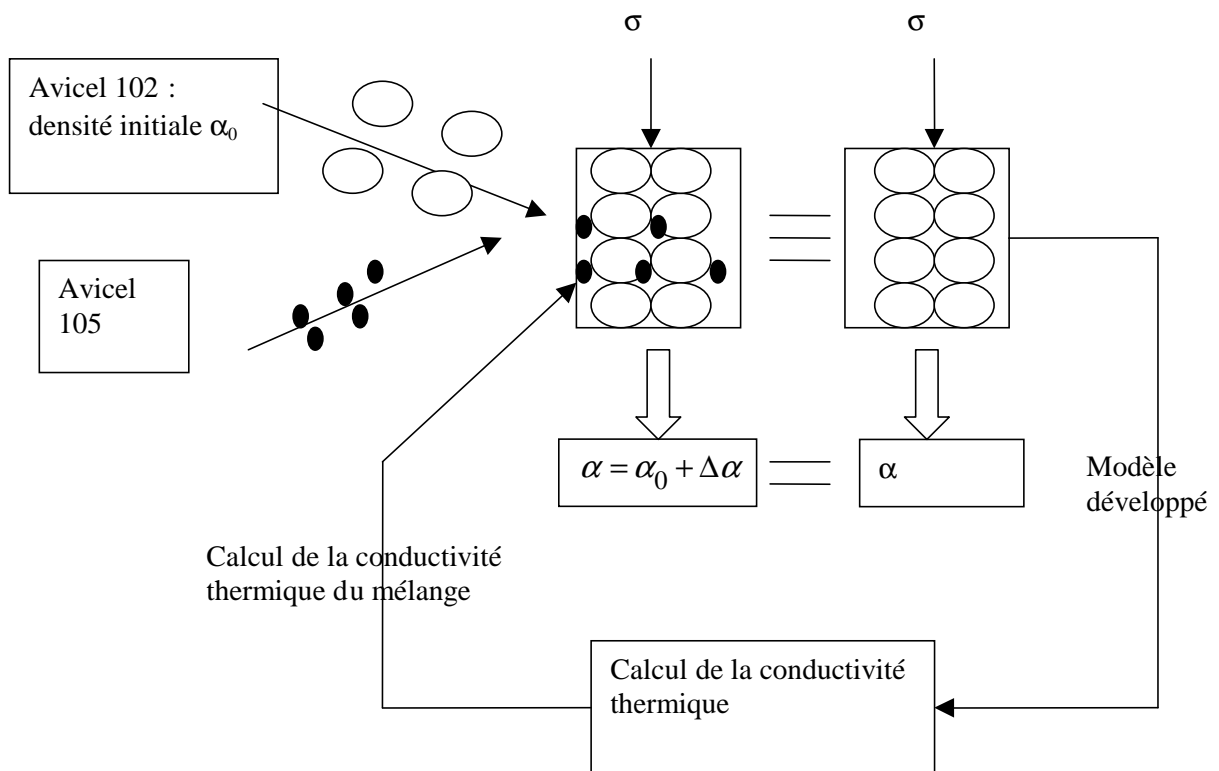


Figure 4.27 : Méthodologie de calculs de la conductivité thermique d'un mélange

A l'examen de la Figure 4.28, nous remarquons que l'amplitude de l'écart imposé par l'ajout des particules fines est particulièrement importante. Ceci est justifié par la grande augmentation de la conductivité thermique du milieu après compression. Le graphique 4.28 indique que les valeurs de la conductivité thermique sont graduellement croissantes en fonction des contraintes mécaniques. La conductivité thermique subit une brusque augmentation de sa valeur dès qu'on ajoute une masse d'avicel 105. la variation du nombre de contact a un fort impact sur la valeur de la conductivité thermique. Il est à signaler que les particules fines remplacent l'air situé dans les pores, or nous savons que la conductivité thermique solide d'Avicel 105 est plus conductrice que celle de l'air. Par comparaison des graphiques de la figure (4.28), l'influence croissante du nombre de contact est retrouvée. Il demeure que les différences marquées entre modèle sans contact et avec contact sont dues à la différence du nombre de contact entre les deux. Il convient de rappeler que cette remarque peut être démontré par une simple analyse de l'étude de la sensibilité à la conductivité thermique de la phase fluide et le nombre de contact.

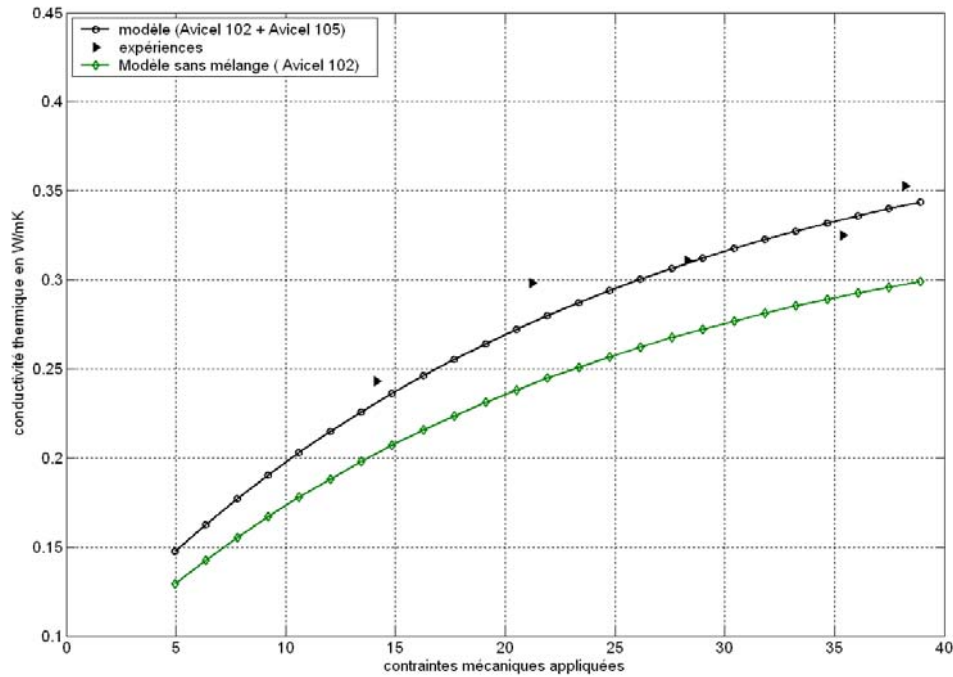


Figure 4.28. Conductivité thermique en fonction des contraintes mécaniques pour un mélange Avicel 102+ Avicel 105

4.6 Conclusion

Cette étude constitue une contribution à la modélisation de la conductivité thermique des milieux granulaires dilatés ou denses. Dans ce chapitre on s'est intéressé aux milieux granulaires mono-disperses fortement dilatants à l'état initial, sous l'effet d'une compression uniaxiale, le milieu réduit son volume initial, par conséquent la conductivité thermique augmente. Une étude expérimentale de mesure de conductivité thermique apparente a été menée sur des compacts obtenus à partir de la poudre comprimée. Les résultats expérimentaux soulignent l'importance des contraintes mécaniques sur la variation de la conductivité thermique. Le changement de structure ainsi que de la densité relative sont dues à une contrainte mécanique appliquée qui affecte directement la conductivité thermique, qui suit une fonction linéaire en fonction des contraintes. Ces observations ont permis de proposer une loi d'état caractéristique. Parallèlement la faisabilité d'une approche analytique de la conductivité thermique en fonction des contraintes a été examinée

La confrontation des résultats modélisés et expérimentaux confirme la faisabilité de cette démarche. L'erreur entre les résultats du modèle et les expériences faites, justifie que ce modèle est digne d'intérêt pour mieux prédire la variation de la conductivité thermique en fonction d'une contrainte mécanique appliquée dans un milieu homogène ou hétérogène.

Pour un milieu homogène, où les contraintes sont constantes dans le milieu, le modèle présente une marge d'erreur inférieure à 2%. La modélisation repose sur l'écriture de la conductivité thermique dans deux phases. Ces deux phases sont assimilées à deux zones où le comportement thermophysique change. Dans chaque phase, les effets de la compression sont pris en compte par les équations de Kawakita et de Heckel.

Pour des contraintes hétérogènes, le modèle s'adapte bien avec cette variation en tenant compte de la variation des contraintes en fonction de la profondeur via l'équation de Janssen. Les résultats concordent bien avec les calculs du modèle, sauf pour les couches profondes où la marge d'erreur peut atteindre 8%.

L'étude de sensibilité à des paramètres susceptibles d'intervenir dans la compression a été bien clarifiée, cette étude prouve que la simplicité du modèle est faisable pour des domaines de définitions de certains paramètres. Néanmoins il faut souligner les limitations courantes et les défis du modèle à prendre à l'avenir. En effet, les mesures pour la validation doivent être faites in situ pour éviter le problème de détente du compact après décharge et aussi le changement des conditions aux limites. Pour palier ces lacunes, une méthode a été développée au sein de notre laboratoire, et elle sera l'objet d'une description dans le chapitre 5.

5. Chapitre 5 : Evaluation de la conductivité thermique apparente des milieux stratifiés : méthode de la tige chaude, estimation du facteur de transmission

5.1 Introduction

Cette étude est une extension du problème développé dans le chapitre 3. Un des principaux objectifs de ce chapitre est de produire un outil de calcul de la conductivité thermique des milieux hétérogènes, notamment des milieux granulaires. Pour la résolution du problème, notre choix s'est porté sur l'utilisation d'une méthode développée récemment au laboratoire qui sera la base principale de nos calculs. Cette méthode est appelée "méthode de la tige chaude" [44, 109, 110]. Elle a été développée pour évaluer les dommages subis par un sol soumis à un choc thermique superficiel (incendie, brûlis). La modélisation des transferts thermiques au sein du milieu permet de connaître le champ de température du sol sous l'effet d'un accident thermique.

La caractérisation thermique des milieux granulaires a fait l'objet de multiples travaux, s'intéressant dans tous les cas à développer des sondes de mesures précises des propriétés thermiques des milieux granulaires (en général des sols). A ce stade on peut citer les travaux [111, 112] qui ont mis en place des sondes de mesure de la température dans les sols. Le principe de mesures de la température de ces milieux est basé sur l'implantation des sondes à différentes profondeurs du milieu étudié. La réalisation de ces mesures nécessite l'utilisation de supports pour minimiser les effets des contraintes de cisaillement sur la sonde. Les supports utilisés sont généralement en métal donc très conducteurs, et induisent certaines perturbations thermiques au niveau des différentes profondeurs. Ces dernières remarques nous ont incité à prendre en considération ces perturbations lors du développement de notre méthode.

La méthode de la tige chaude développée dans la première partie de ce chapitre, a l'avantage de mesurer la conductivité thermique en fonction de la profondeur. Nous nous sommes inspirés de cette méthode pour mettre au point un nouveau dispositif de mesure de la conductivité thermique dans un milieu granulaire soumis à des contraintes mécaniques. Nous avons gardé la particularité de la mesure de la conductivité thermique en fonction de la profondeur en l'améliorant pour qu'elle prenne en considération cette fois l'évolution de la conductivité thermique en fonction des contraintes mécaniques. Les adaptations nécessaires pour cette évolution sont exposées dans ce chapitre. L'avantage principal de cette nouvelle méthode, est qu'on aura accès à une évolution de la conductivité thermique en fonction des contraintes mécaniques et de la profondeur.

Ce chapitre a pour objectif de positionner le problème dans un contexte général, lequel est décrit dans une première sous-partie, qui expose en particulier une modélisation semi-numérique du problème posé. La modélisation de ce dernier nous oblige à traiter deux cas du transfert thermique au sein du milieu d'étude: calcul avec un transfert 2D, et un transfert 1D. Une estimation de la conductivité thermique pour les deux cas sera étudiée. Dans une étape de cette sous-partie, l'étude de la sensibilité des paramètres sera également abordée. Les conclusions tirées de cette dernière étude, nous permettent de simplifier le calcul des estimations de la conductivité thermique du milieu d'étude.

La deuxième partie sera consacrée à la validation de la démarche de simulation. En ce sens, cette partie présente une estimation des contraintes mécaniques en fonction de la profondeur. Cette estimation est obtenue à partir de simples mesures de la conductivité thermique apparente du milieu étudié.

5.2 Description de la méthode

Cette méthode a été développée pour mesurer la conductivité thermique d'un milieu hétérogène. La modélisation du transfert thermique dans le système est réalisée grâce à une extension de la méthode des quadripôles thermiques à des milieux hétérogènes stratifiés. (le milieu est considéré comme un ensemble de couches juxtaposées). L'idée est d'associer une résolution numérique dans une direction d'espace (z) à une transformation de Laplace sur la variable temporelle, le système algébrique résultant étant résolu analytiquement selon la direction restante, que l'on assimilera à une profondeur. On obtient alors des matrices de transfert qui relient les champs de température et de flux de chaleur à différentes profondeurs et qui s'expriment sous forme de fonctions de matrice. Le modèle est validé par des expériences faites avec un dispositif expérimental développé dans notre laboratoire.

5.2.1 *Présentation du dispositif expérimental*

Le dispositif expérimental est représenté sur la figure 5.1. Il est constitué d'une sonde tige, c'est pour cette raison que la méthode a pris le nom « tige chaude », elle-même constituée de plusieurs thermocouples, d'un fil résistif, d'une tige centrale en bois et d'une couche en résine. Une alimentation stabilisée permet de fournir un échelon de tension aux bornes du fil résistif chauffant. L'enroulement régulier de ce fil autour de la tige permet de considérer que le flux de chaleur produit est uniforme sur toute la surface de la sonde. La distance entre deux thermocouples est significative. Comme nous le verrons dans la suite de ce chapitre, elle joue, en effet un rôle primordial. Les thermocouples sont de type K, la jonction entre deux thermocouples nous permet de prélever la température de chaque thermocouple. Il faut noter que la jonction de chaque thermocouple est coincée entre deux spires du fil.

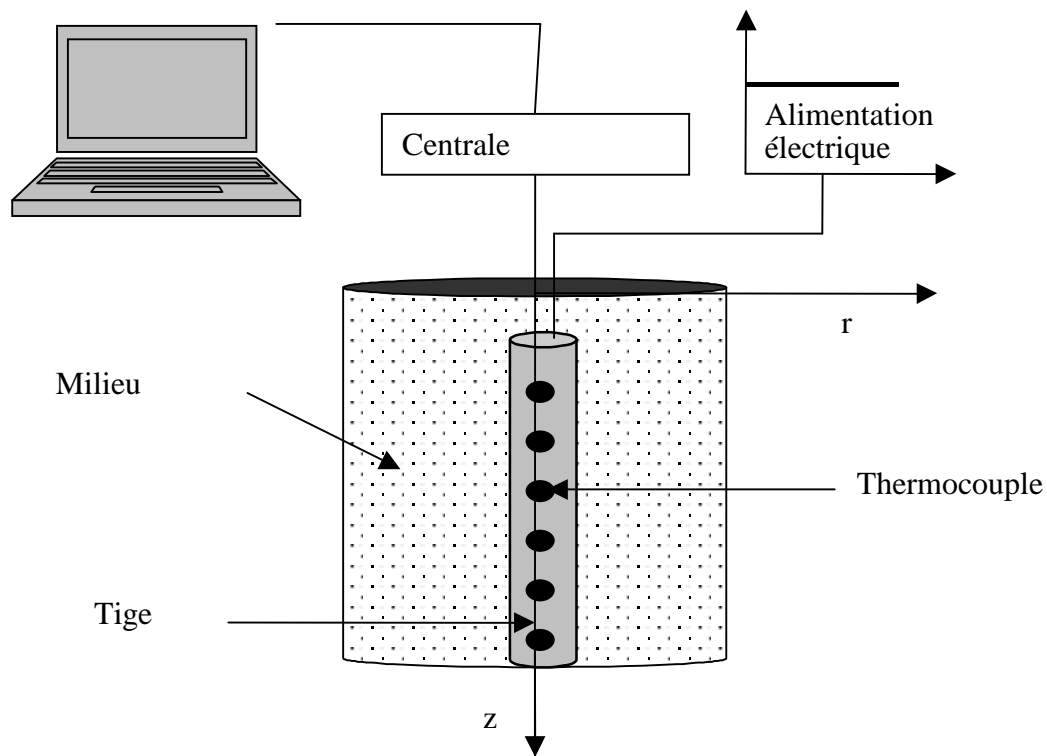


Figure 5.1 : Schéma du dispositif tige chaude

Les signaux de mesure de la température sont enregistrés par une centrale AOIP (32 entrées) et qui peut atteindre une vitesse de l'ordre d'une mesure chaque 0.4 s. La sonde est fixée avec les parois profondes, par conséquent, la position de chaque thermocouple est donc fixe et connue avec précision.

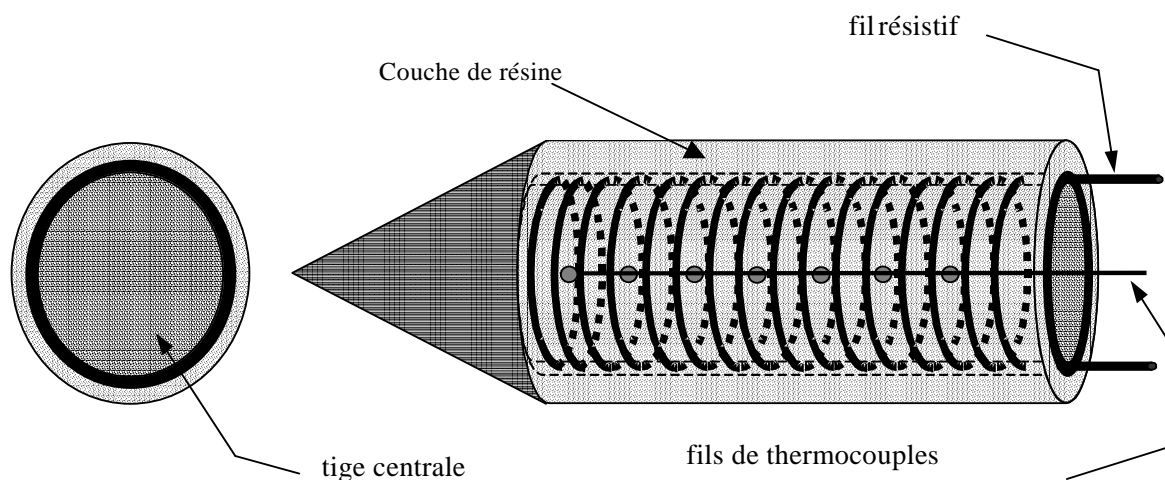


Figure 5.2 : Schéma de la sonde

Les caractéristiques géométriques de la sonde sont résumées dans le tableau suivant :

Rayon de la tige centrale	Rayon total de la sonde	Longueur de la sonde	Espacement des thermocouples
$r_t=210^{-3}$ m	2.510^{-3} m	0.16 m	$\Delta z=0.02$ m

Tableau 5.1 : Caractéristiques géométriques de la sonde

5.2.2 Modélisation de l'expérience

Le problème sera résolu avec la méthode des quadripôles thermiques semi-analytiques. L'objectif principal de cette modélisation est de résoudre l'équation de la conservation de chaleur du milieu pour obtenir le profil de température sur la sonde en fonction du flux thermique injecté. Le milieu hétérogène est considéré comme un milieu stratifié où chaque thermocouple représente une couche (strate), ainsi le transfert thermique au sein du milieu s'effectue selon les deux directions principales :

1. Transfert par conduction radiale dans chaque strate. Nous supposons que la densité dans chaque strate est homogène, par conséquent, chaque strate aura une conductivité thermique apparente constante.
2. Transfert conductif entre les strates. Le transfert s'effectue suivant l'axe z .

Le modèle établi prend en compte l'ensemble des paramètres du système étudié : la résistance de contact entre la sonde et le milieu, ainsi que la résistance de contact à l'interface de chaque strate. Le montage réalisé est symétrique, et la sonde est fixée au centre du silo. Nous supposons que le milieu est semi-infini suivant r .

5.2.2.1 Le modèle 2D

Le milieu étudié est supposé cylindrique, hétérogène sous la forme d'un empilement de couches suivant l'axe z . La modélisation thermique est faite à l'aide de la méthode des quadripôles semi-numériques. Nous supposons que les propriétés thermophysiques sont constantes au cours de l'expérience.

Les conditions initiales et aux limites sont bien fixées. A l'état initial, le système est supposé en équilibre thermique, ce qui nous laisse supposer le milieu isotherme. Pour les conditions aux limites, à l'extrémité de la tige chauffante, les conditions aux limites dépendent du flux injecté dans le milieu. En mesurant la résistance électrique de la sonde et la tension délivrée par l'alimentation stabilisée, nous connaissons avec précision la densité du flux dissipé par effet joule dans la sonde (la sonde est considérée comme une résistance

chauffante). La température à l'extrémité du milieu étudié est fixée, on s'assure ainsi que l'état des parois, nous permet d'assurer une condition aux limites stable.

Le milieu étudié est symétrique et notre étude se limite à l'étude du cas suivant :

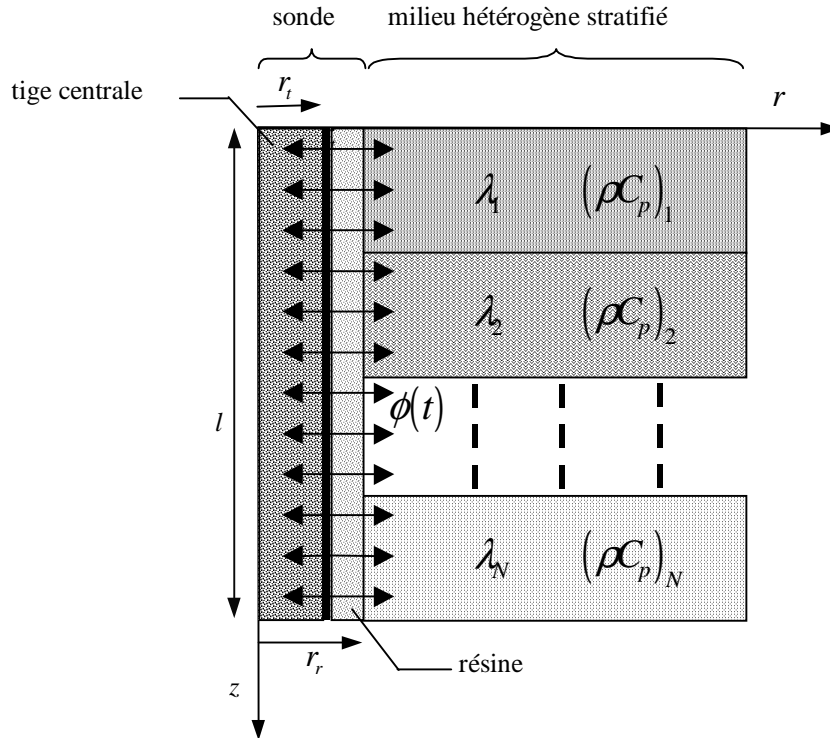


Figure 5.3 : Schéma du problème

L'étude thermophysique du milieu peut se résumer sous la forme de deux cas :

- Transfert dans la tige chaude : le transfert s'effectue selon les deux directions (r , et z). Nous pouvons dire que le transfert dans cette zone est caractérisé par un **transfert conductif 2D**.
- Transfert dans la résine (indice r), la résistance de contact et le milieu semi-infini.

Nous supposons que les deux hypothèses suivantes sont vérifiées :

- La température est continue en r_t . On admet que la couche de la résine conduit mieux le flux thermique délivré par la sonde chauffante
- Le flux total généré par le fil résistif est la somme des flux entrant de part et d'autre en r_t .

Compte tenu de ces hypothèses, nous pouvons établir le vecteur des températures par rapport au vecteur de la chaleur. Cette écriture de température se traduit dans un espace de Laplace transformé [113].

5.2.2.2 *Sensibilité du modèle complet aux paramètres*

Par définition, l'étude de la sensibilité permet de déterminer si, mathématiquement, un jeu de paramètres est identifiable. Ce calcul de la sensibilité des paramètres, nous permet de savoir pour quelle plage de valeurs des paramètres, la sensibilité est suffisante pour identifier mieux les paramètres susceptibles d'intervenir dans le modèle.

L'étude de la sensibilité est basée sur la réponse d'un milieu bicouche à une excitation thermique. Nous avons choisis un milieu bicouche pour mieux mettre en évidence le transfert thermique entre deux couches voisines. L'étude détaillée de la sensibilité, a permis de mettre en évidence l'influence de chaque paramètre intervenant dans notre calcul (cf annexe 2). De plus, elle a aussi souligné le rôle important de la conductivité thermique du milieu. En reprenant les remarques tirées de l'étude de la sensibilité, nous pouvons démontrer que l'espace entre deux points de mesures, et le temps de l'excitation thermique jouent un rôle déterminant pour la résolution et la simplification du modèle. En effet, pour des temps courts, la sensibilité aux paramètres de la sonde est non négligeable. Le transfert s'effectue suivant les deux axes, par conséquent l'estimation de la conductivité thermique se fait avec le transfert 2D. Pour des temps courts et des points de mesures suffisamment espacés, le transfert axial est négligeable. Avec ces dernières constatations, la simplification du modèle est faisable. L'évolution de la sensibilité des paramètres de la sonde, montre que ces derniers sont corrélés. Pour palier à ce problème, nous sommes obligés de bien étalonner la sonde.

5.2.2.3 *Simplification du modèle*

En reprenant ce qu'on a décrit dans le paragraphe précédent, pour des temps courts et une large distance entre deux thermocouples, le transfert suivant l'axe z est négligeable. Par conséquent, le problème du transfert 2D se ramène à un transfert unidirectionnel radial. Pour le calcul, le transfert dans une couche est unidirectionnel, qui ne dépend pas des couches voisines suivant l'axe z. Compte tenu de ce qu'on vient de citer, il faut donc récrire le modèle, mais sans prendre en compte le transfert suivant l'axe z. L'application d'une simplification du modèle consiste à résoudre l'équation générale du transfert avec seulement un transfert unidirectionnel (modèle 1D).

5.2.2.4 *Transfert 1D*

Nous supposons dans ce paragraphe que les conditions de la simplification du modèle 2D en un modèle 1D sont toujours respectées. Pour aboutir à la simplification du

modèle, il faut modifier l'écriture de l'équation de la température. Nous reprenons la même équation, mais cette fois sans prendre en compte le transfert suivant z . La figure (4.8) illustre le problème traité.

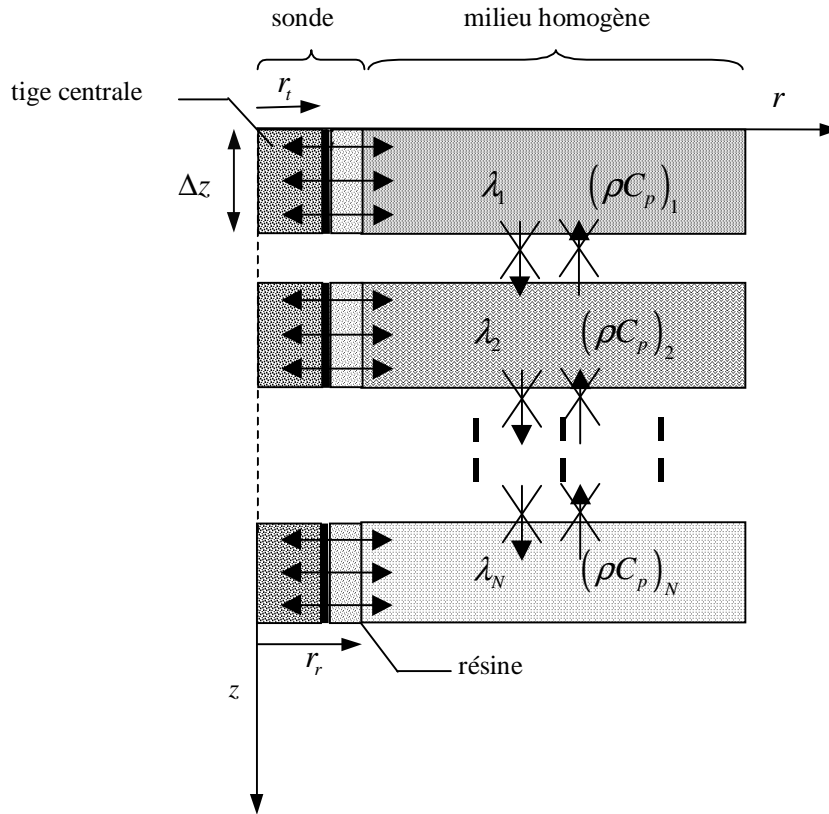


Figure 5.4 : schéma du problème 1D

Pour le traitement du problème, on tient à signaler que les conditions aux limites et les conditions initiales restent inchangées. La nouvelle écriture de la température se fait dans un espace de Laplace. Une fois la résolution du problème 1D est effectuée, nous comparerons cette solution avec la résolution 2D, pour avoir une idée générale sur le gain au niveau du calcul et la fiabilité de chaque méthode.

5.2.2.5 Comparaison entre les deux modèles

Pour la comparaison, on procède comme précédemment, c'est-à-dire, on excite un milieu bicouche avec un flux type échelon. Après tout calcul fait, on comparera la réponse du milieu à une excitation thermique.

Nous constatons que la réponse du modèle 2D et 1D sont presque identiques, ceci est vrai seulement pour des points assez profonds de l'interface. Par ailleurs, pour les points proches de l'interface, le transfert entre strates s'impose, par conséquent le transfert dans le

milieu se fait avec un transfert 2D. Pour des temps courts, le transfert est unidirectionnel, ce dernier se fait avec un transfert 1D. Pour cette plage de temps, la simplification du modèle est faisable. De façon à pouvoir simplifier le modèle 2D, et continuer de travailler avec un transfert 1D, nous supposons que les hypothèses de simplification sont vérifiées. Pour respecter les conditions de simplification, nous avons convenu de se mettre dans la configuration suivante :

1. La distance entre deux points de mesure est de l'ordre de 2 cm.
2. Le temps de l'excitation thermique est très court. Pour le traitement du problème, nous supposons qu'il est inférieur à 600 s.

L'estimation de la conductivité thermique est basée sur une régression linéaire aux temps longs. Néanmoins, nous sommes confrontés à un problème, lequel consiste à définir la notion de temps long. La simplification du modèle complet (modèle 2D) est basée sur des temps courts, par contre l'estimation par une simplification du modèle 2D s'appuie sur des temps longs.

La réponse de la température en fonction du logarithme du temps est linéaire à partir d'un temps appelé temps long. Cependant, pour des temps assez longs, un changement de pente survient. Dans ce cas, on est limité par un seuil de temps où le transfert s'effectue avec 2D. Jusqu'à maintenant il n'existe pas une équation qui permet de calculer ce paramètre. Sur la figure 5.5, nous avons reporté les résultats d'une réponse de température à une excitation thermique. Nous pouvons voir en clair le changement de la pente (figure 4.10). Le temps de début de changement de la pente donne, le temps maximum pour continuer à travailler en transfert 1D.

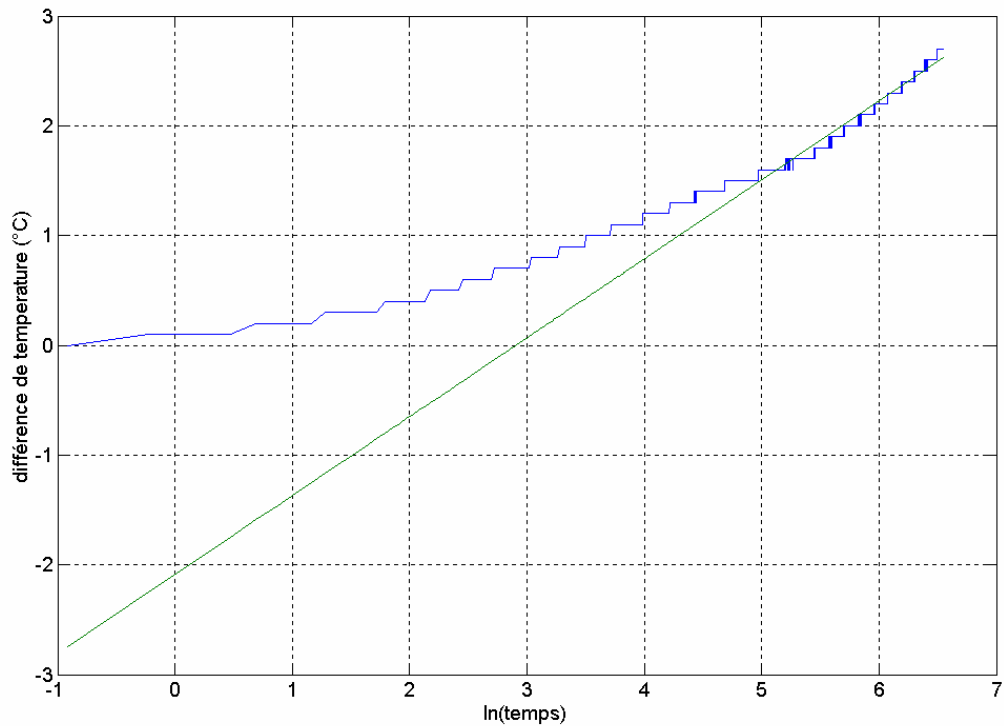


Figure 5.5 : Comportement aux temps longs

Nous nous mettons dans une configuration où le transfert se fait seulement avec un transfert 1D (transfert unidirectionnel). Il s'agit ici de mettre en avant un des intérêts d'une simplification du modèle 1D. Dans la figure 5.6, nous avons reporté les résultats de la réponse du modèle 1D et une réponse du modèle fil chaud. Avant de comparer les résultats, nous tenons à signaler que nous avons gardé la même géométrie du milieu, en l'occurrence un milieu cylindrique. En comparant les résultats obtenus avec un modèle 1D à ceux obtenus avec le modèle fil chaud, nous avons pu observer des écarts entre les températures de ces modèles. Il en découle que les écarts observés sur les écarts de température sont dus à l'énergie emmagasinée par la tige centrale. Il est à remarquer que les pentes logarithmiques aux temps longs sont identiques pour les deux réponses. Nous observons donc sur ces calculs menés avec un modèle 1D que l'estimation de la conductivité thermique peut se faire avec la méthode du fil chaud, ceci étant vérifié seulement avec une régression pour des temps longs.

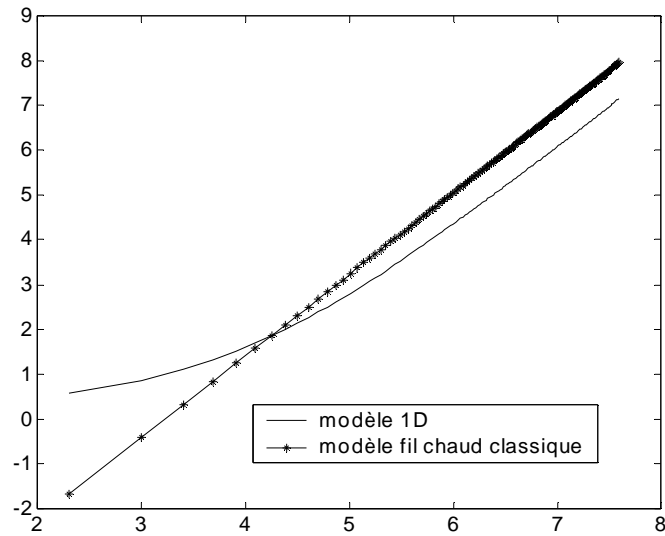


Figure 5.6 : réponses modèle 1D et le modèle fil chaud

En résumé

Les deux paramètres (distance entre points de mesures et temps d'excitation thermique) ont la même influence sur le transfert thermique au sein d'un milieu hétérogène. Pour une marge de définition de ces derniers paramètres, la simplification du modèle est faisable, et le transfert thermique au sein du milieu s'effectue en 1D, ce dernier pour des temps longs se réduit en un calcul avec la méthode fil chaud. Il convient de noter que la condition de simplification du modèle 2D en fil chaud doit répondre au critère suivant [113] :

$$\frac{r_r^2}{a_i} \ll t \ll \frac{\Delta z^2}{a_i}, \text{ et } r_r \ll \Delta z$$

où t : la durée de l'excitation thermique

Δz : hauteur d'une strate

a_i : diffusivité thermique d'une strate.

r_r : rayon de la sonde

5.2.2.6 Estimation des paramètres

Dans ce paragraphe, nous nous intéresserons à l'estimation de la conductivité thermique apparente du milieu. Pour aboutir à cette estimation, on recourt à l'utilisation de la méthode inverse. De plus, cette étude s'intéressera seulement à l'estimation de la conductivité thermique du milieu avec la méthode : modèle 1D hybridé en modèle fil chaud.

Le paramètre à estimer est la conductivité thermique du milieu. En se basant sur un thermogramme de température en fonction du logarithme du temps, et pour une régression linéaire pour un temps long, la conductivité thermique peut être calculée en fonction des paramètres d'entrée. En effet, pour cette marge de temps, la conductivité thermique dépend du flux injecté dans la sonde. En ce qui concerne le dépouillement de la variation de la température en fonction du logarithme du temps, nous montrons que cette variation dépend de deux paramètres, dont le premier dépend de la conductivité thermique, alors que le deuxième représente un bruit de mesure. Cette variation suit une fonction linéaire en fonction des paramètres à estimer. Compte tenu de ce qu'on a déjà dit plus haut, la pente dépend du flux injecté. De plus, pour un temps long, le transfert s'effectue par un transfert du fil chaud. La conductivité thermique peut s'écrire sous la forme suivante :

$$T(t) = A_1 \ln(t) + B_1 \quad (5.6)$$

B_1 est l'ordonnée à l'origine, qui représente un bruit de mesure, cette erreur est due à un mauvais étalonnage.

A_1 est la pente de la droite qui dépend de la conductivité thermique du milieu.

En appliquant méthode du fil chaud, nous retrouvons la conductivité thermique :

$$A_1 = \frac{Q}{4\pi\Delta z\lambda_{app}} \quad (5.7)$$

L'équation peut s'écrire sous forme matricielle :

$$\begin{bmatrix} T_1 \\ \cdot \\ \cdot \\ \cdot \\ \cdot \\ T_N \end{bmatrix} = \mathbf{X} \begin{bmatrix} A_1 \\ B_1 \end{bmatrix} \quad (5.8)$$

N : est le nombre de point de mesure

\mathbf{X} est la matrice de sensibilité.

$$X = \begin{bmatrix} \ln(t_1) & 1 \\ \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot \\ \ln(t_N) & 1 \end{bmatrix} \quad (5.9)$$

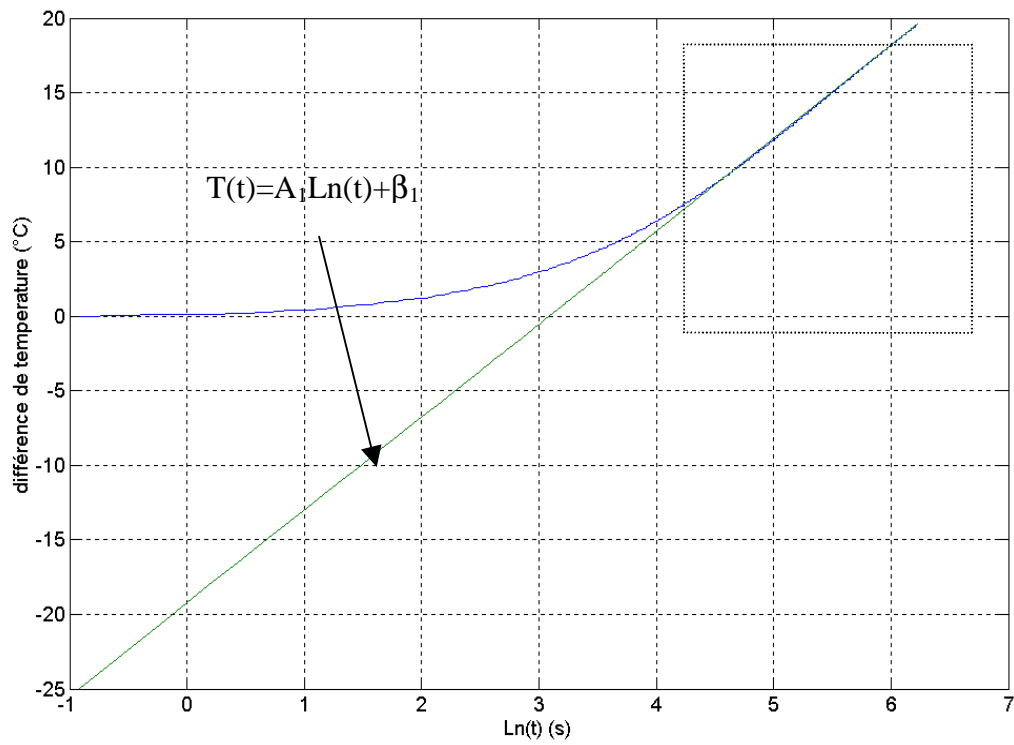


Figure 5.7 : Thermogramme en fonction du logarithme du temps

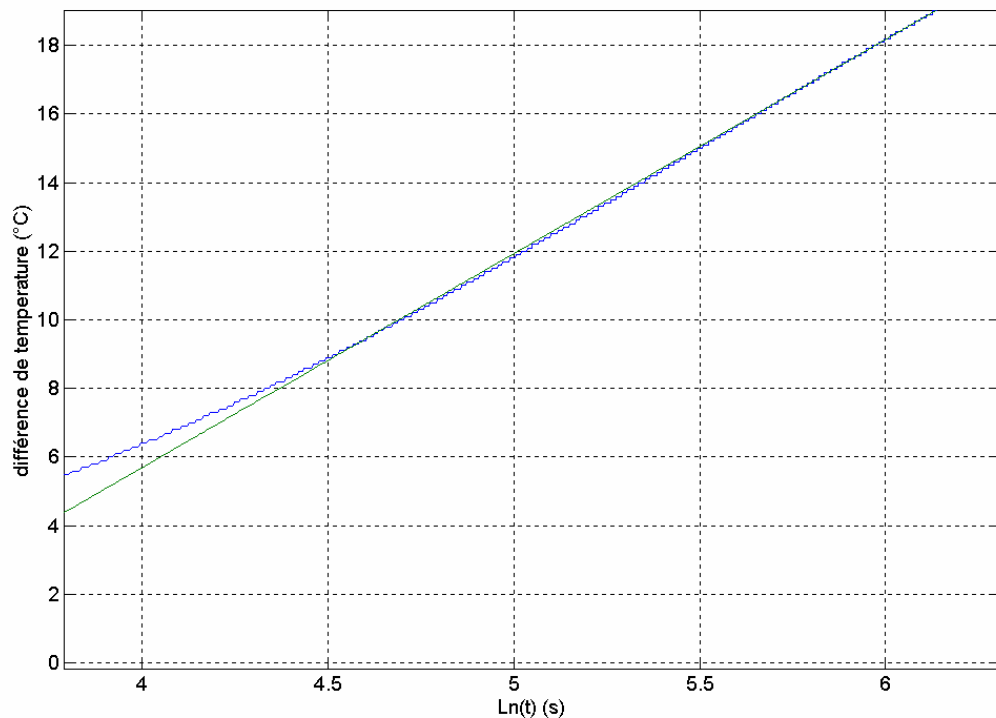


Figure 5.8 : Régression linéaire aux temps longs

5.2.3 Validation expérimentale

La validation de la méthode s'effectue sur trois milieux granulaires différents. La fiabilité de la méthode peut se traiter par une comparaison quantitative entre les mesures du Hot Disk et les mesures obtenues avec méthode de la tige chaude.

5.2.3.1 Données expérimentales

Pour adapter la méthode de la tige chaude aux milieux granulaires, nous avons choisi des milieux granulaires connus. Le tableau suivant illustre certaines propriétés des milieux utilisés. Il faut signaler que les mesures de la conductivité thermique sont faites avec méthode du Hot Disk et Ct-mètre. Nous ne présentons ici que les valeurs de la conductivité thermique obtenues pour des densités relatives initiales bien définies des milieux.

poudre microcristalline de cellulose (Avicel 102)

Conductivité thermique, $\lambda = 0.098 \text{ W/mK} \pm 0.003 \text{ W/mK}$

Grains de sable

Conductivité thermique, $\lambda = 0.225 \text{ W/mK} \pm 0.009 \text{ W/mK}$

Argile

Conductivité thermique, $\lambda = 0.240 \text{ W/mK} \pm 0.009 \text{ W/mK}$

Actuellement l'erreur de mesure de la conductivité thermique apparente par la méthode du Hot Disk peut atteindre 4%. Cette erreur est en grande partie liée à la maîtrise des conditions aux limites déjà décrites dans le chapitre 2. Dans le cadre de notre étude, nous avons volontairement choisi des milieux granulaires qui n'ont pas le même comportement mécanique. Ainsi cette étude concerne des mesures de la conductivité thermique au repos. Dans le chapitre 3, nous avons démontré que la densité relative (porosité) n'est pas constante en fonction de la profondeur. Toutefois, pour ne pas compliquer la caractérisation thermophysique des milieux en repos, nous tenons à écarter cette hypothèse. Ceci est valable si les mesures de la conductivité thermique ne sont pas faites pour des couches très profondes.

5.2.3.2 *Etalonnage de la sonde*

L'intérêt principal de cette partie est de déterminer avec précision les paramètres d'étalonnage de la sonde. Chaque thermocouple est destiné à mesurer une conductivité thermique d'une couche. Cette mesure présente une erreur due au mauvais étalonnage de la sonde. La modélisation mathématique décrite plus haut nous permet de déterminer la conductivité thermique à partir du flux injecté dans le milieu. Le principe de l'étalonnage de la sonde est basé sur la variation de la température du milieu à l'aide de la sonde insérée dans un milieu de conductivité connue. La réalisation de l'essai mentionné précédemment, repose sur l'utilisation des appareils de mesures qui donnent de résultats précis du flux thermique injecté dans le milieu. L'étalonnage de la sonde est basé sur des mesures de conductivité thermique d'un milieu de référence.

Pour l'étalonnage de la sonde, on a recourt à l'utilisation d'un gel visqueux avec une conductivité bien mesurée. La poudre utilisée pour obtenir ce gel d'étalonnage est la carboxyméthylcellulose. Le gel obtenu est dilué avec un maximum de 5%, et son état est toujours visqueux, cela est indispensable pour éviter de produire une résistance de contact entre le gel d'étalonnage et la sonde.. Le gel utilisé vérifie certaines caractéristiques thermiques comme :

- Il ne produit pas de convection lorsqu'on lui applique un flux de chaleur.
- Ses propriétés thermiques sont semblables à celles de l'eau en son état liquide.

Nous effectuons plusieurs mesures de conductivité thermique du gel avec la méthode du Hot Disk, et les résultats obtenus montrent que la conductivité thermique du gel est de l'ordre de 0.6185 W/m k, et par conséquent nous renforçons ce qui a été dit précédemment, en concluant que notre gel d'étalonnage se comporte thermiquement comme de l'eau liquide.

Une fois la conductivité thermique du gel mesurée, nous effectuons une série de mesures de la conductivité thermique du gel à l'aide de la sonde.

La confrontation des résultats expérimentaux et la valeur réelle de la conductivité thermique du gel nous permettent de déterminer un facteur de puissance de chaque thermocouple.

Remarque : Nous avons démontré plus haut, que l'étalonnage se fait directement avec des mesures de conductivité thermique. Habituellement, pour étalonner une sonde, nous procédons à l'étalonnage de la température des thermocouples, mais pour le calcul de la conductivité thermique, le modèle développé prend en compte seulement la différence de température entre état initial et final. Par conséquent, un étalonnage de la température devient inutile (l'erreur de mesure de la température sera compensée par les corrections de la conductivité thermique)

5.2.4 Résultats expérimentaux

L'estimation de la conductivité thermique est basée exclusivement sur la méthode du fil chaud. Avant chaque essai, la température de milieu est homogène. La durée de l'expérience et le flux injecté dans le milieu sont optimisés et dépendent étroitement du milieu étudié, on s'assure que le degré d'élévation de la température de chaque essai ne soit pas élevé (inférieur à 15 ° C). Le remplissage de la colonne de mesures présente une étape importante pour la fiabilité de mesures. Nous conseillons de suivre le protocole détaillé dans le chapitre 4 pour assurer une reproductibilité de mesures, de plus, pour limiter l'influence du réarrangement des particules sur les mesures, le remplissage est effectué après insertion de la sonde dans la colonne de mesure.

Le tableau (4.3) suivant illustre les résultats mesurés pour la poudre d'avicel 102.

thermogramme	Conductivité thermique W/mK	Écart %
1	0,096	2 %
2	0,097	1 %
3	0,097	1 %
4	0,099	1 %
5	0,100	2 %
6	0,098	0 %

Tableau 4.3 résultats expérimentaux (avicel 102)

Nous constatons que les résultats trouvés concordent bien avec les valeurs obtenus avec la méthode du Hot Disk. En revanche l'erreur est estimée à 2%.

Strates	Conductivité thermique W/mK	Ecart %
1	0,220	2 %
2	0,224	1 %
3	0,220	2 %
4	0,210	6.7 %
5	0,213	5.3 %
6	0,210	6.7 %

Tableau 4.4 résultats expérimentaux (grains de sable)

Les résultats obtenus pour les grains de sable sont en accord avec les valeurs mesurées au hot disk. Toutefois, nous constatons que l'écart entre les valeurs mesurées et la valeur réelle croît pour les thermocouples 4 5 et 6. Ceci est dû au fait que ces derniers sont situés en bas du silo. Nous pouvons conclure que la densité relative de chaque couche est peut être influencé par un effet de stratification. En effet, les conductivités thermiques apparentes des couches profondes sont fortement modifiées par une contrainte appliquée par les strates au dessus. Ces problématiques de l'effet de la stratification se posent pour les milieux granulaire ayant une densité apparente élevée. Notons que pour le cas de l'Avicel 102, ce problème d'augmentation de la conductivité thermique pour les couches profondes ne se produit pas, puisque la densité apparente est faible.

Strates	Conductivité thermique W/mK	Écart %
1	0,252	5 %
2	0,242	1 %
3	0,241	1 %
4	0,236	1.6 %
5	0,249	3.75 %
6	0,2410	1 %

Tableau 4.5 résultats expérimentaux (argile)

Les résultats trouvés concordent bien avec les mesures du Hot disk. La méthode de la tige chaude utilisée a été validée par des expériences. L'écart entre les mesures effectuées avec cette méthode et les valeurs du hot disk peut être réduit si la sonde était bien étalonnée.

5.3 Calcul de la conductivité thermique en fonction de la profondeur

L'objectif principal de ce paragraphe est d'estimer les contraintes mécaniques en fonction de la profondeur. La méthodologie (figure 5.9) consiste à suivre la méthode suivante après application d'une contrainte donnée :

1. Mesurer la conductivité thermique du milieu en fonction de la profondeur à l'aide de la méthode de la tige chaude ;
2. Appliquer le modèle développé dans le chapitre 3, c'est-à-dire, le calcul de la conductivité thermique en fonction des contraintes mécaniques ;
3. Appliquer la méthode de Janssen pour le calcul des contraintes mécaniques en fonction de la profondeur et du paramètre de transmission k ;
4. Estimer le paramètre k à partir des calculs de la conductivité thermique, donc le calcul des contraintes mécaniques en fonction de la profondeur.

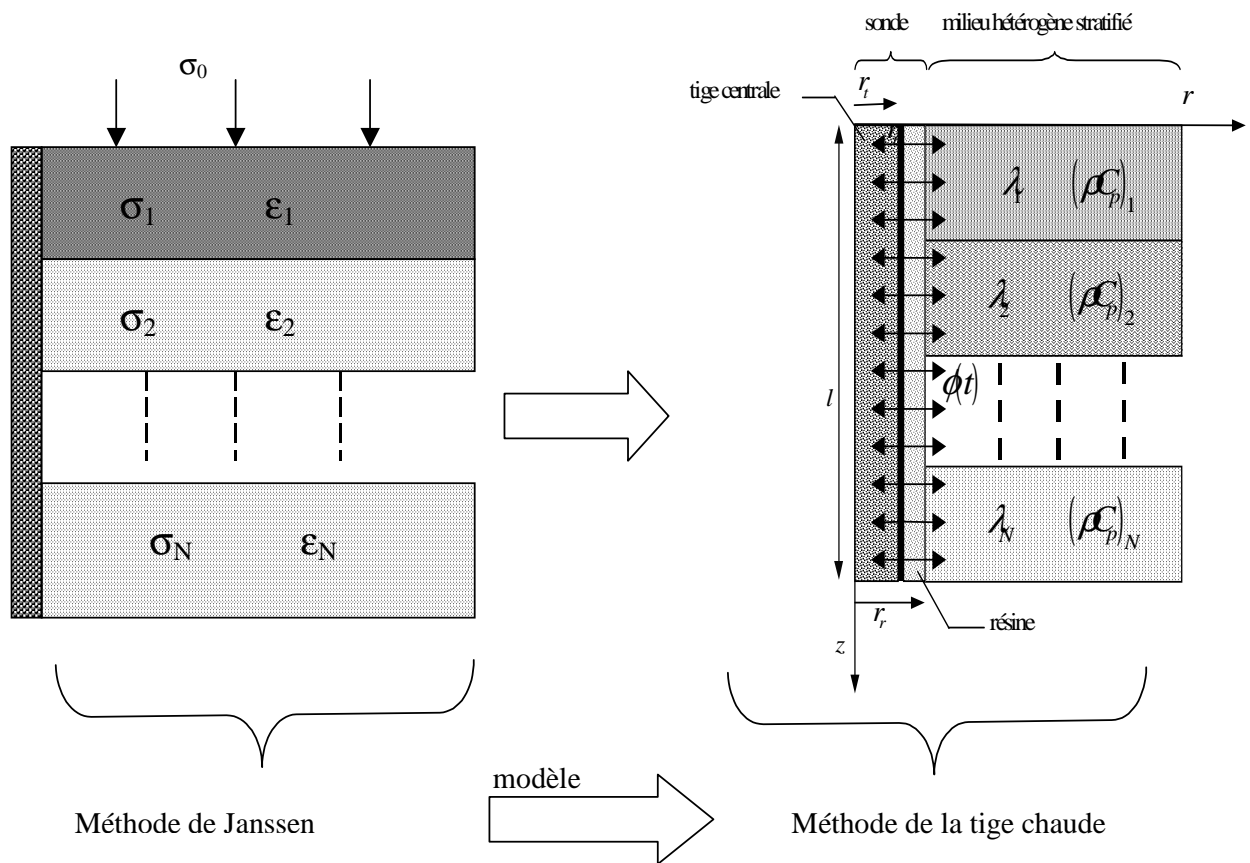


Figure 5.9 : Comparaison entre méthode de Janssen et méthode de la tige chaude

Le schéma 5.10 illustre en clair la méthodologie suivie pour l'estimation de k .

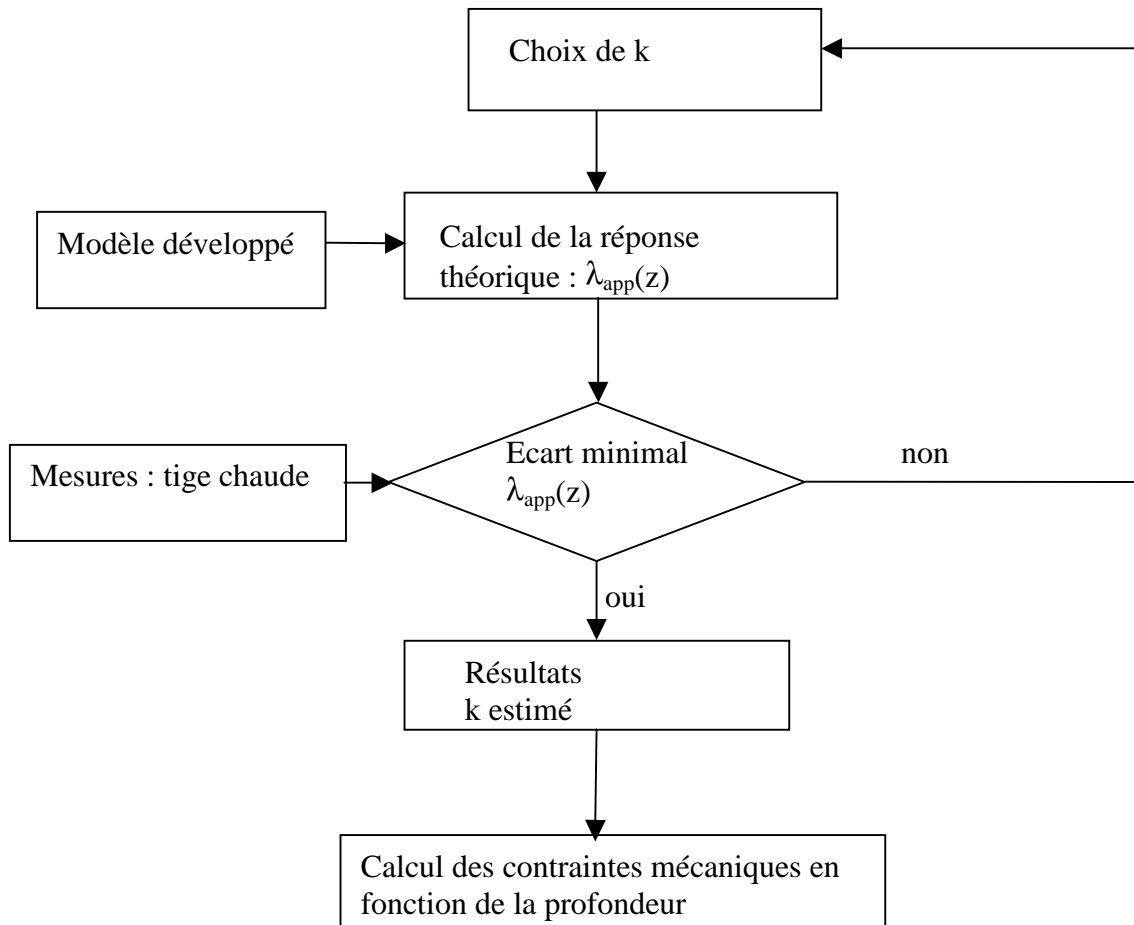


Figure 5.10 : Algorithme du calcul des contraintes mécaniques

5.3.1 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est représenté sur la figure 5.11. Il est constitué d'un silo cylindrique (avec une hauteur de l'ordre de 30 cm, et un diamètre de 11 cm) en matière Inox, d'un piston en Inox, d'une sonde (tige chaude) placée au centre du silo, et fixée avec les parois profondes du silo. Les dimensions du silo cylindrique permettent de supposer que le milieu est semi-infini. Le dispositif de compression est constitué de la machine Instron qui permet d'assurer une série de compression de la poudre. Une alimentation stabilisée permet de fournir un échelon de tension aux bornes de la tige chaude.

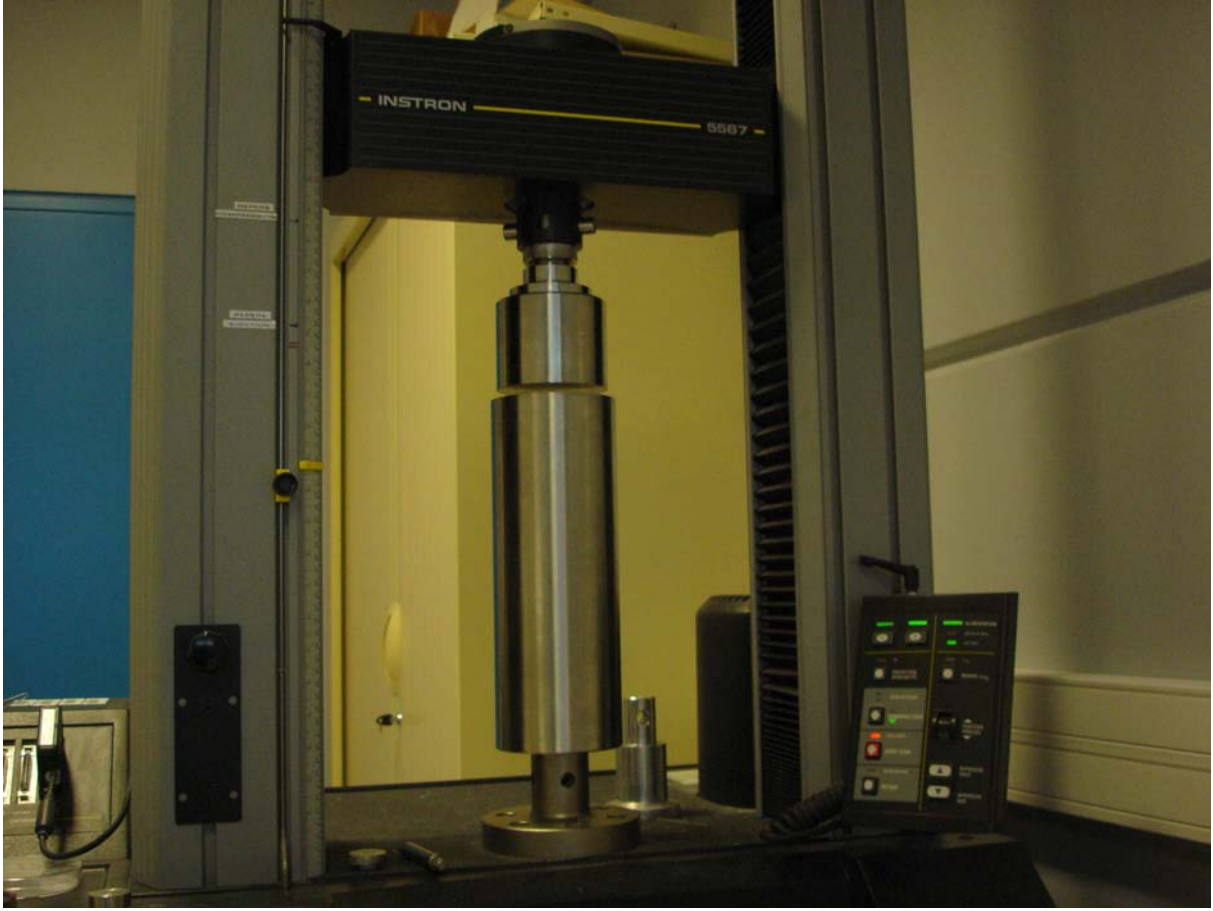


Figure 5.11 : Dispositif expérimental « tige chaude »

Sous l'effet des contraintes mécaniques, le volume apparent du milieu se réduit, ce qui pose le premier problème pour la réalisation des expériences. En effet, la sonde est fixée avec les parois profondes du silo, et sous l'effet des contraintes mécaniques, le piston commence à se déplacer dans le milieu. Quelles que soient les contraintes mécaniques appliquées, nous tenons à respecter une distance minimale qui séparera le piston à la fin de la compression et les extrémités de la sonde. Cette distance représente une sécurité pour la sonde, et est fixée à 2 centimètres. Pour tenir compte de cette distance de sécurité, il est nécessaire de maîtriser le déplacement du piston dans le milieu. Or, ce dernier dépend étroitement des propriétés mécaniques de chaque poudre. Pour remédier à ce problème, nous proposons d'effectuer des essais préliminaires de compression de la poudre sans l'insertion de la sonde dans le milieu.

A partir de ces remarques, nous proposons une relation entre les paramètres de la sonde et le silo, tel que :

$$h_{silo} - 2 \geq h_{sonde} + d_{piston} \quad (5.1)$$

Pour respecter cette condition de sécurité, nous étions obligés parfois de réduire la hauteur de la sonde. Cette réduction limite le nombre de thermocouples utilisés pour les mesures de la conductivité thermique.

5.3.2 Calcul des contraintes mécaniques en fonction de la profondeur

5.3.2.1 Calcul du coefficient de frottement avec les Parois

Les parois sont de type acier et considérées non déformables (l'épaisseur des parois est de l'ordre de 1 cm) sous l'effet des contraintes mécaniques. A l'aide de la cellule de cisaillement, nous pouvons calculer le coefficient du frottement avec les parois. Pour atteindre ce but, nous avons utilisé la cellule de Jeniké (figure 5.12).

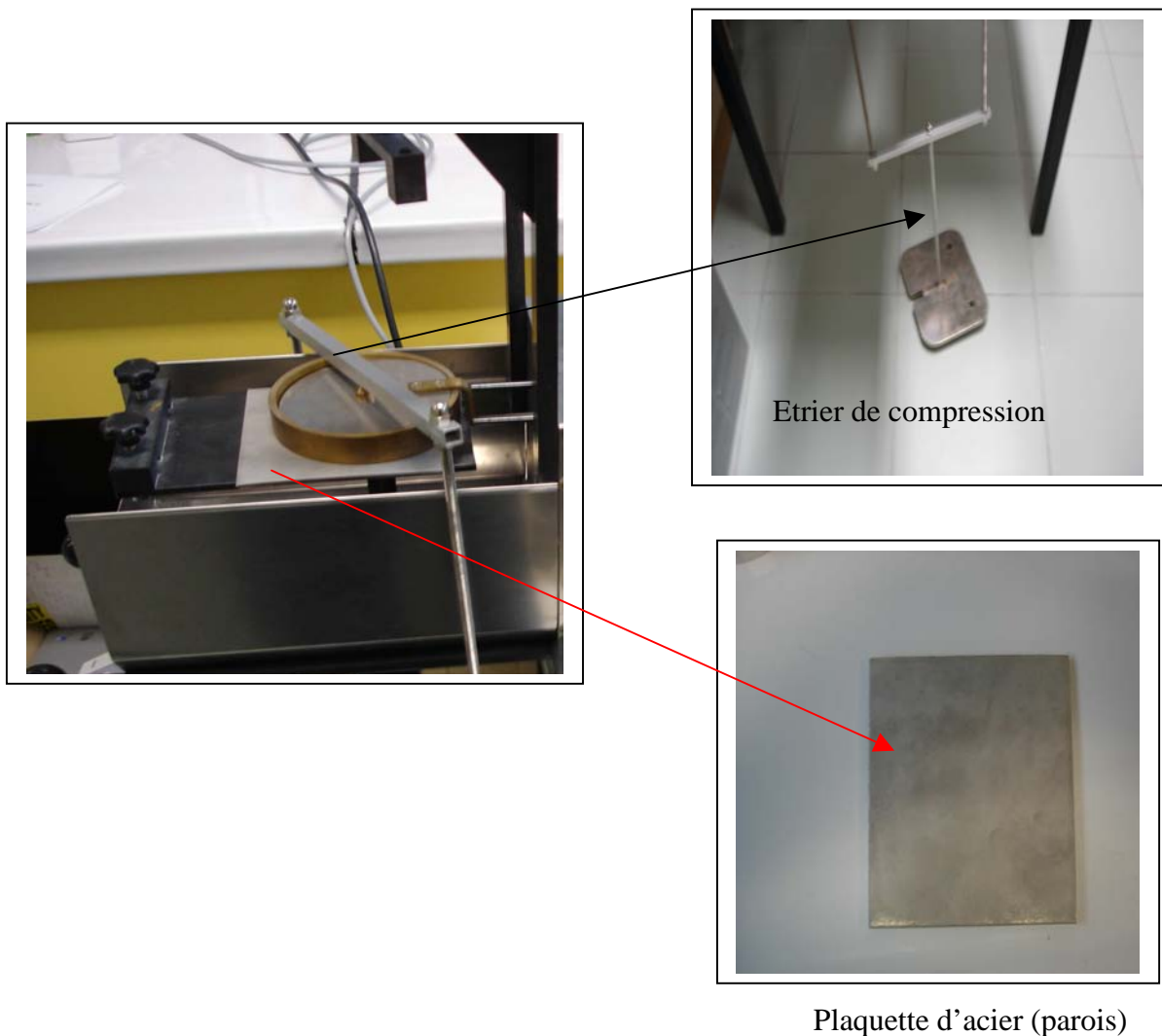


Figure 5.12 : Dispositif expérimental « Cellule de Jeniké »

Ce dispositif permet de suivre l'évolution de la force de cisaillement au cours de l'essai. La poudre est placée dans un cylindre creux. Le tassement initial de la poudre avant chaque essai est nécessaire, et est réalisé manuellement par un simple cisaillement de la poudre. L'échantillon ainsi obtenu après cisaillement a acquis une hauteur bien déterminée.

Le principe de l'essai est d'imposer un déplacement relatif tangent entre deux surfaces. La poudre (les particules) est supposée comme une surface. Au cours de cette expérience, sont mesurées les contraintes normales et tangentielles. L'application des forces normales est réalisée par des charges accrochées sur un étrier.

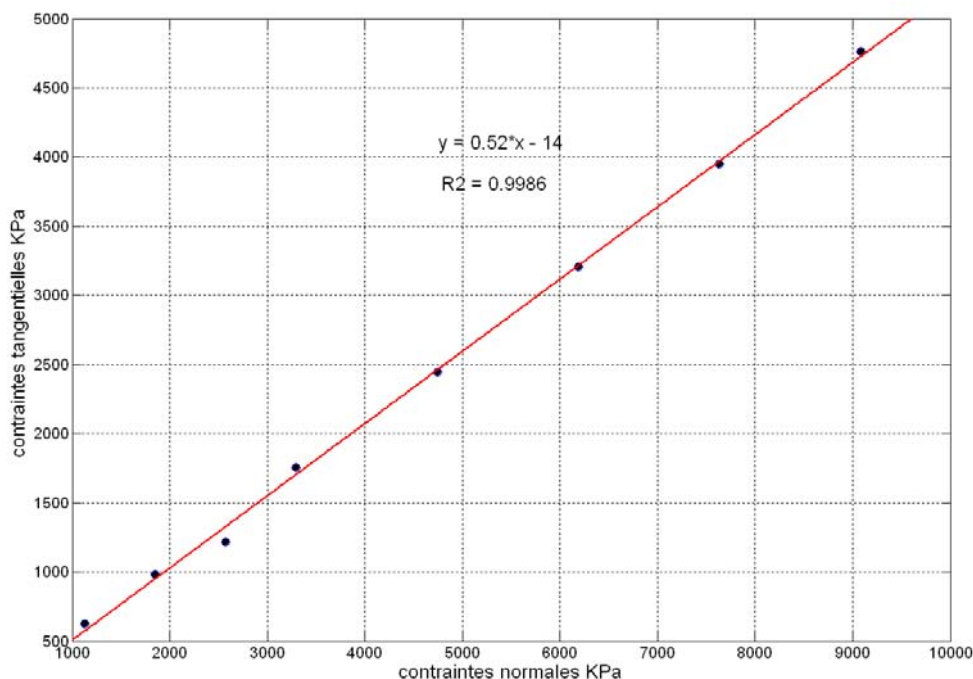


Figure 5.13 : Calcul du coefficient de frottement

Sur la Figure 5.13, nous avons reporté les valeurs des contraintes mécaniques normales en fonction des contraintes tangentielles mesurées par la cellule de cisaillement. Il s'avère que ces deux contraintes sont liées par une relation directe qui prend la forme d'une fonction linéaire, dont la pente dépend du coefficient de frottement. L'effort radial et le coefficient du frottement sont constants pour l'analyse actuelle.

Le calcul de la pente nous permet de calculer directement la valeur du coefficient de frottement entre la poudre et les parois, et qui est de l'ordre de 0.52. Une fois ce paramètre de

frottement calculé, nous pouvons par la suite déterminer l'intervalle d'appartenance du paramètre de transmission des forces.

Tout calcul fait, nous trouvons : $0.68 \leq k \leq 1.88$.

5.3.2.2 Calcul des contraintes mécaniques

A partir de l'équation 1.29, nous pouvons calculer les contraintes mécaniques en fonction de la profondeur. Les paramètres utilisés pour cette modélisation sont décrits dans le tableau suivant :

Charge = 27 kN	D (Diamètre du silo) : 0,11 m
Accélération de la pesanteur : $9,8 \text{ m s}^{-2}$	Densité apparente : 350 kg/m^3

Le graphe 5.14 décrit de manière succincte la variation des contraintes mécaniques en 3D. A travers ce graphe, il s'agit surtout de mettre en relief la variation des contraintes mécaniques en chaque point du milieu en fonction des deux variables : la profondeur et le paramètre de transmission

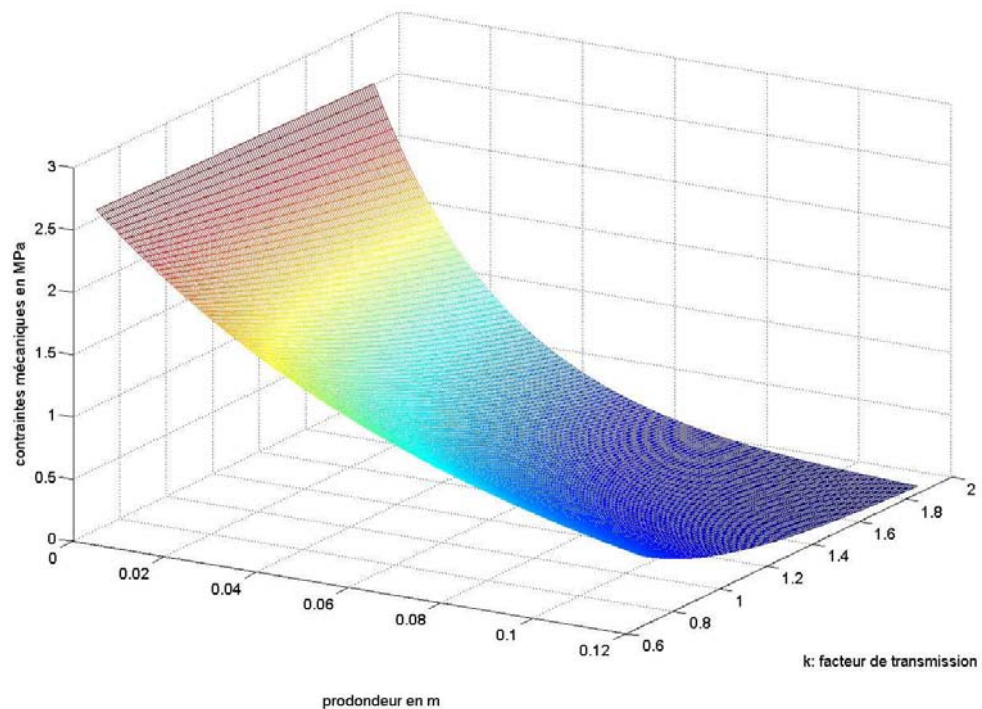


Figure 5.14 : Contraintes mécaniques en fonction des paramètres : coefficient de transmission et la profondeur

Pour mieux interpréter ces résultats, nous les avons reportés sur le graphe 5.15 qui trace la variation des contraintes mécaniques, mais cette fois en 2D.

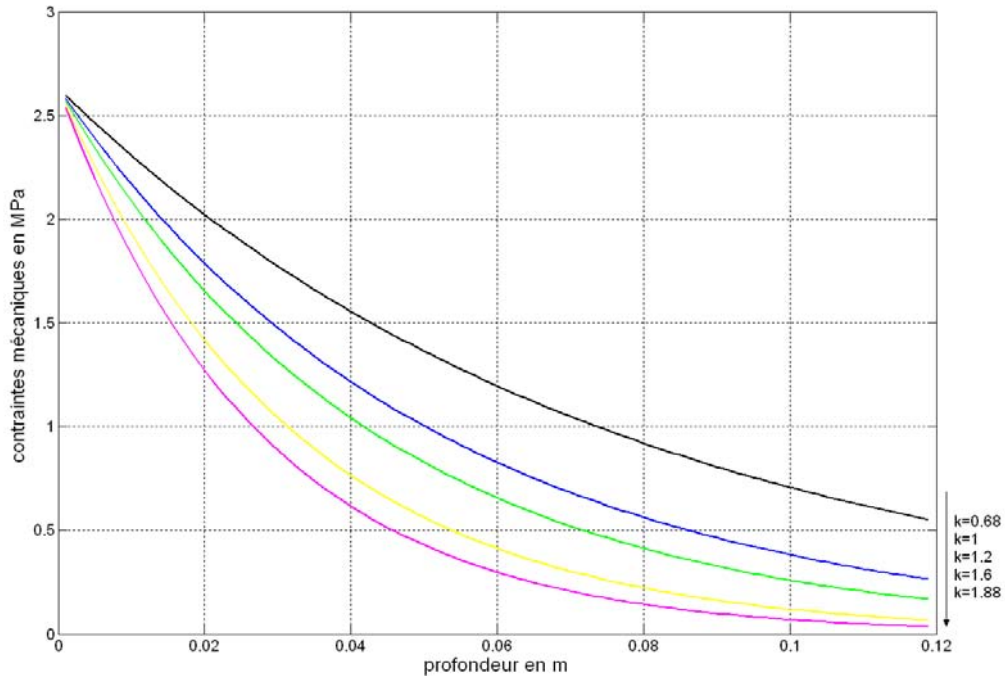


Figure 5.15 : Contraintes mécaniques en fonction de la profondeur

Dans un premier temps nous avons varié le paramètre de transmission, c'est-à-dire k . Comme il est décrit sur le graphe 5.15, nous constatons que le profil des contraintes mécaniques est décroissant quelle que soit la valeur de k (facteur de transmission), et la réduction de l'amplitude des contraintes mécaniques dépend de la valeur de ce dernier.

Pour des faibles valeurs de k , les contraintes axiales sont plus fortes que les contraintes radiales. Par conséquent, la transmission des forces est bonne, et la transmission des forces au sein du milieu s'effectue suivant l'axe z . Cependant, pour des fortes valeurs de contraintes, les forces radiales sont fortes devant les forces normales qui introduisent une orientation des forces vers les parois. Le rôle principal des parois est de freiner les contraintes mécaniques du milieu.

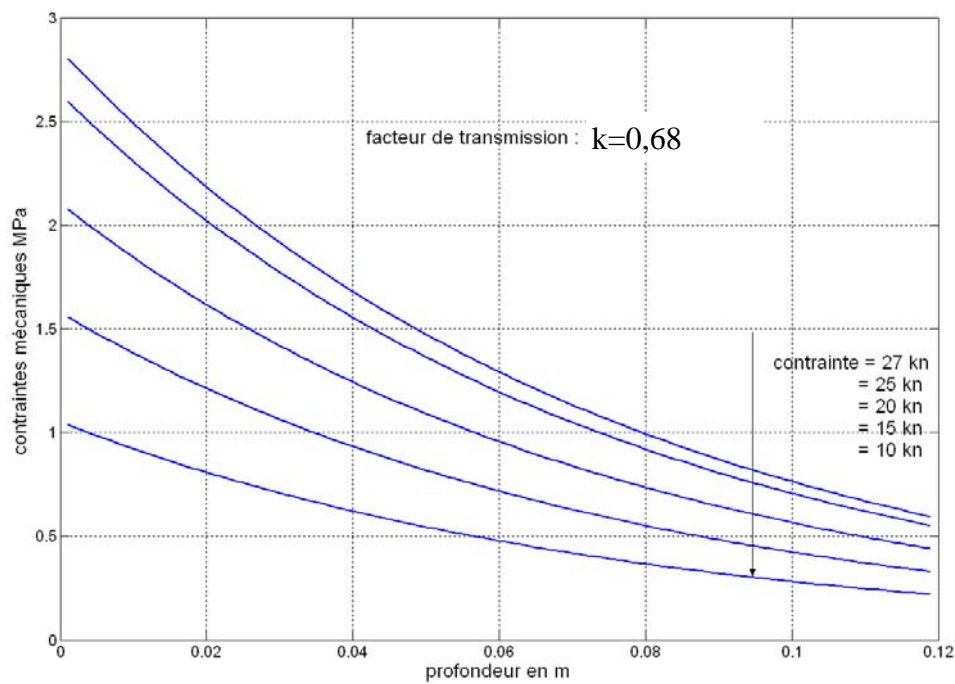


Figure 5.16 : Contraintes mécaniques en fonction de la profondeur et du paramètre k

Dans cette partie nous varierons les contraintes mécaniques appliquées sur le milieu (figure 5.16). L'objectif principal est de vérifier l'effet des parois sur la variation des contraintes mécaniques en tout point du milieu. La hauteur du milieu est la même pour tous les cas étudiés.

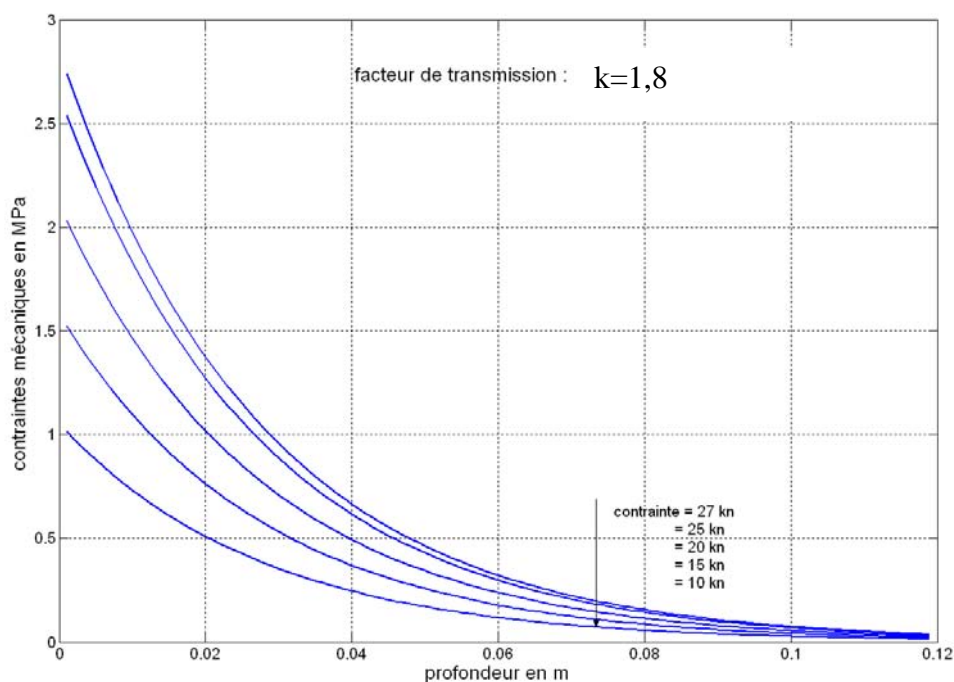


Figure 5.17 : Contraintes mécaniques en fonction de la profondeur

La remarque la plus importante que l'on puisse faire sur ces comparaisons (figure 5.17) est que pour certaines valeurs de k , il existe une profondeur critique à partir de laquelle les contraintes mécaniques sont constantes. Cette profondeur est identique quelle que soit la valeur des contraintes mécaniques appliquées en haut du silo.

Il devient clair à partir de l'analyse actuelle que le facteur de transmission joue un rôle important et fondamental pour la modélisation de la densité finale du milieu soumis à des contraintes mécaniques. En conséquence, nous ne pouvons pas modéliser les contraintes mécaniques sans qu'il y ait toujours la difficulté d'exprimer ce paramètre de transmission.

5.4 Modèle de Calcul de la conductivité thermique en fonction de la profondeur, et contraintes mécaniques

5.4.1 Résultats expérimentaux

Pour la validation du modèle, nous avons gardé la même poudre, c'est-à-dire, l'Avicel 102. Nous appliquons une contrainte mécanique d'ordre de 2.5 MPa sur le milieu granulaire avec une vitesse de compression d'ordre de 10 mm/mn. A l'aide de la machine Instron, nous calculons le déplacement du piston dans le milieu.

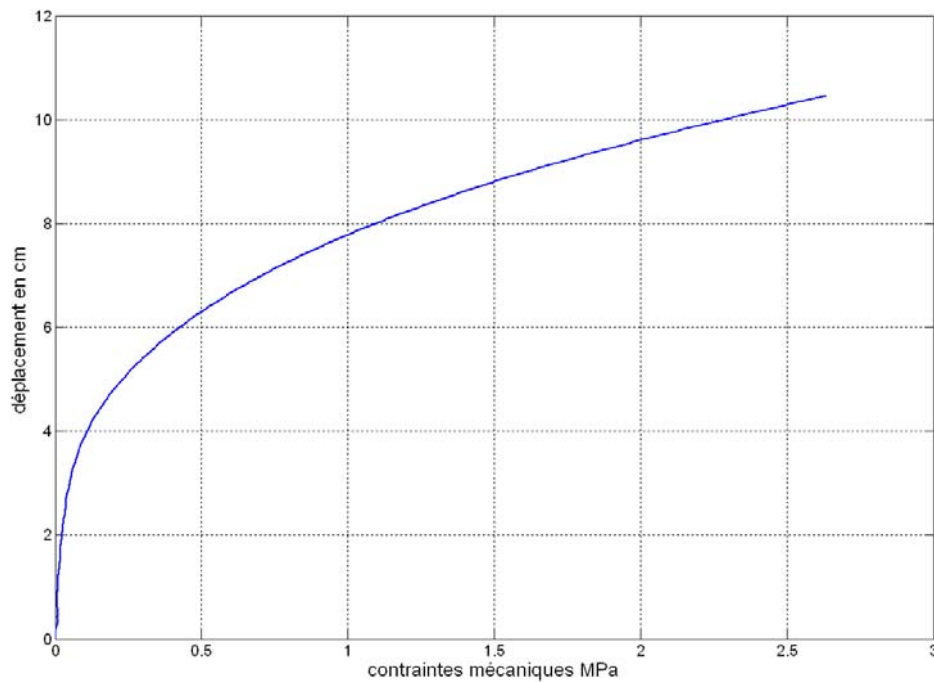


Figure 5.18 : Déplacement du piston dans le milieu en fonction des contraintes mécaniques

Le graphique 5.18 illustre la variation du déplacement du piston dans le milieu en fonction des contraintes mécaniques appliquées. Le système est soumis à une pression uniaxiale d'action, et il est déformé à partir du moment où la charge commence à agir. Le déplacement final du piston dans le milieu est de l'ordre de 10 cm.

L'allure du graphique 5.18 est identique à celui de la Figure 4.5, cependant nous ne pouvons pas explorer ces résultats pour identifier les valeurs des paramètres de Heckel et Kawakita pour diverses causes : les contraintes mécaniques, et la porosité ne sont pas homogènes dans le silo, d'où l'application de la méthode de densification reste impossible. Par ailleurs, nous pouvons procéder à cette identification par la méthode par partie, c'est-à-dire, strate par strate, mais nous n'avons pas accès à la variation ni des contraintes ni de la porosité pour chaque strate. A travers la figure 5.18, nous pouvons déterminer la profondeur de chaque thermocouple.

A la fin de la compression, le milieu est exposé à un flux thermique d'une puissance de l'ordre de 1.4 W et pour une durée de 600 s. La variation de la température entre l'état initial et final pour chaque thermocouple est représentée sur la figure 5.19.

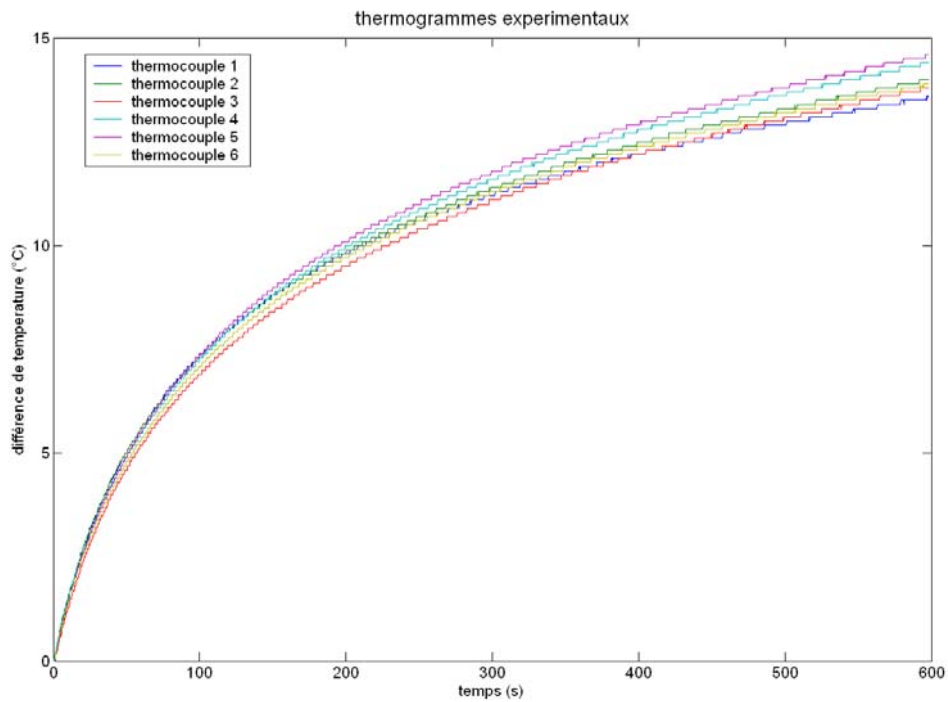


Figure 5.19 : Variation de la température durant le temps de l'expérience

Avant chaque essai, nous vérifions que la température du milieu est homogène et stable. A l'examen de la figure 5.19, nous constatons que la variation de la température n'est pas homogène pour tous les thermocouples. Cette remarque prouve que le comportement thermophysique de chaque strate n'est pas identique.

Comme nous l'avons vu précédemment, les simulations prévoient à partir d'un temps t_1 , et jusqu'à des temps inférieurs à 600 s, un comportement linéaire de la température en fonction du logarithme du temps. Expérimentalement, la partie linéaire de nos thermogrammes est observée à partir de $t_1=200$ s (figure 5.20). Cette remarque est vérifiée pour tous les thermocouples utilisés.

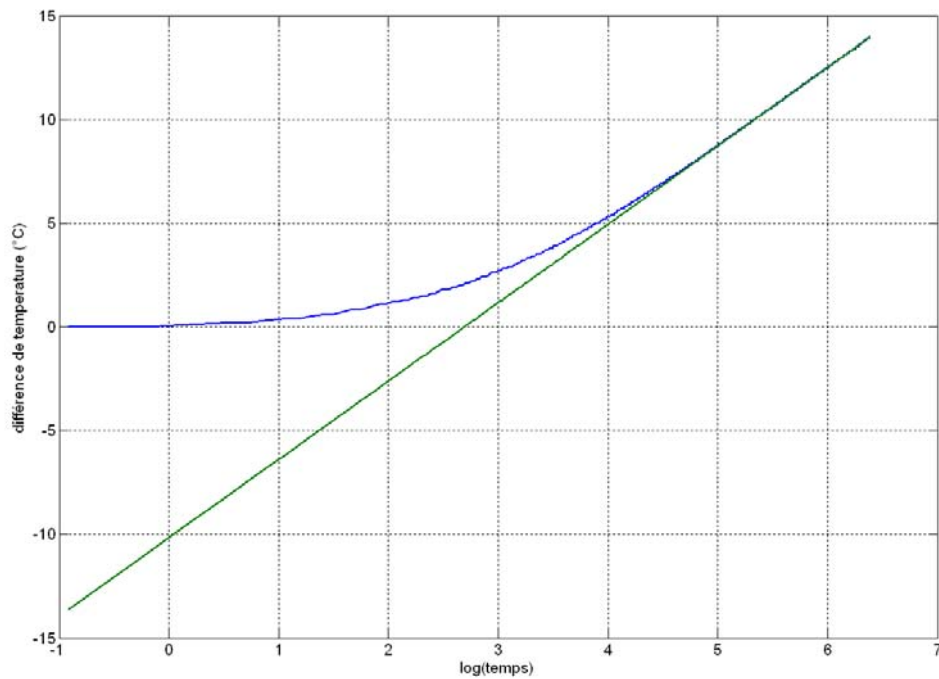


Figure 5.20 : Variation de la température en fonction du logarithme du temps

Rappelons, enfin, que la valeur de la conductivité thermique de chaque strate est mesurée en appliquant le modèle de fil chaud pour chaque réponse d'un thermocouple.

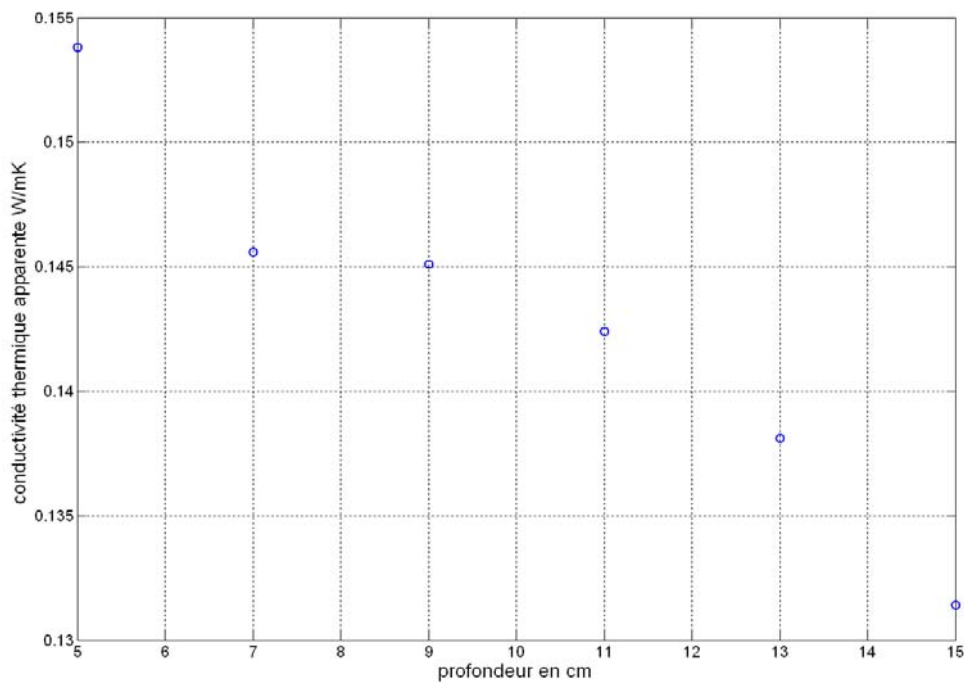


Figure 5.21 : Conductivité thermique apparente en fonction de la profondeur

La figure 5.21 présente l'évolution de la conductivité thermique apparente en fonction de la profondeur. Elle prend des valeurs allant de 0.131 à 0.153 W/mK pour une contrainte mécanique appliquée sur le milieu d'ordre de 5 MPa. La position de chaque thermocouple est bien définie allant de 5 cm à 15 cm. Dans cette gamme de profondeur, l'évolution de la conductivité thermique apparente est quasi exponentielle. Notons que le modèle établi prédit une évolution exponentielle aussi. Le caractère hétérogène du milieu après compression est bien vérifié par cette expérience. Soulignons aussi que, du fait de cette hétérogénéité, une grande différence de la conductivité thermique apparente entre les couches profondes et la couche supérieure est vérifiée.

A l'examen des résultats expérimentaux, plusieurs remarques apparaissent. Premièrement, la conductivité thermique apparente initiale de chaque strate était de 0.098 W/mK, et après compression cette conductivité thermique a été augmentée. Chaque strate est sensible aux contraintes mécaniques appliquées sur elle. De plus, lors de la compression, les strates ne reçoivent pas les mêmes contraintes mécaniques, d'où l'apparition d'une déformation locale différente entre les strates.

L'écart entre la conductivité thermique apparente entre deux strates voisines est assez faible. Par conséquent, l'étalonnage de la sonde joue un rôle primordial pour la fiabilité des mesures. Bien que la conductivité thermique augmente en fonction des contraintes, remarquons que pour les couches profondes, cette augmentation commence à s'affaiblir. En fait, si nous effectuons des mesures pour des points proches des parois profondes (profondeur= 18 cm), nous trouverons que l'écart entre la valeur trouvée et la valeur initial est petit. La réalisation de ces mesures est délicate, puisque l'échange thermique entre le milieu et les parois (milieu conducteur) est énorme, et le transfert thermique n'est plus unidirectionnel. Par ailleurs, on observe au cours de l'éjection du milieu après compression que la couche profonde n'est pas totalement consolidée (apparition d'une voûte).

5.4.2 Estimation du facteur de transmission k

Les bases théoriques exposées aux précédents chapitres, permettent d'aborder maintenant l'exploitation de nos résultats expérimentaux de façon concrète. Le développement d'un modèle de calcul de conductivité thermique en fonction de la profondeur réside dans le caractère hétérogène des contraintes mécaniques. Celles-ci sont, en effet, particulièrement sensibles à la variation de la profondeur (équation de Janssen). Jusqu'à présent, nous avons développé un modèle de calcul de la conductivité thermique en fonction des contraintes mécaniques supposées homogènes dans le milieu. Une extension de ce

modèle, nous permet de développer une méthode de calcul la conductivité thermique apparente en fonction de la profondeur et qui repose sur les considérations suivantes :

- Le milieu étudié est sous forme de strates juxtaposées.
- Chaque thermocouple est situé au centre d'une strate fictive, et la conductivité thermique mesurée par ce dernier représente la conductivité thermique apparente d'une strate.
- La hauteur d'une strate, déterminée par dz (tige chaude), est suffisamment faible pour que la densité relative soit homogène dans cette dernière.
- Les mesures se font loin des parois, par conséquent leur effet est négligeable

Le calcul de la conductivité thermique apparente en fonction de la profondeur consiste à appliquer le modèle développé dans la chapitre 3 pour chaque strate du milieu. Ceci est rendu possible à l'aide de la méthode de Janssen. Toutefois, il convient de signaler le problème lié à la détermination du facteur de transmission de forces qui rend l'équation de Janssen inexploitable. L'extension du modèle pour les milieux stratifiés nous permet donc de calculer la conductivité thermique en fonction de la profondeur et du paramètre k . L'estimation du paramètre k est rendu possible par une comparaison quantitative avec la conductivité thermique apparente mesurée à la tige chaude.

La première méthode d'exploitation de mesures expérimentales que nous avons adoptée consiste à comparer les résultats de la méthode de la tige chaude avec la conductivité thermique apparente calculée avec l'extension du modèle développé. Cependant, nous nous sommes rendu compte que le modèle dépend de la plage de contraintes utilisées (faibles ou fortes contraintes). En pratique, nous avons utilisé pour la compression un silo cylindrique de diamètre de l'ordre de 11 cm, par conséquent les contraintes mécaniques appliquées sur le milieu sont faibles. La contrainte maximale appliquée sur le milieu est de l'ordre de 2.5 MPa. La marge des contraintes mécaniques utilisées appartient à la zone où le transfert thermique est limité par la porosité, d'où l'utilisation du modèle avec l'équation de Kawakita paraît logique.

L'identification du paramètre k repose sur l'utilisation d'une méthode itérative susceptible de déterminer la valeur k de façon à minimiser l'écart entre les résultats expérimentaux (figure 5.21) et les résultats de calcul de conductivité thermique en fonction de la profondeur. La méthodologie consiste à faire varier le paramètre k du modèle de telle façon à ce que la réponse de la conductivité thermique apparente modélisée avec les mesures des

expériences soient identiques. Les résultats de cette comparaison sont illustrés sur la figure 5.22

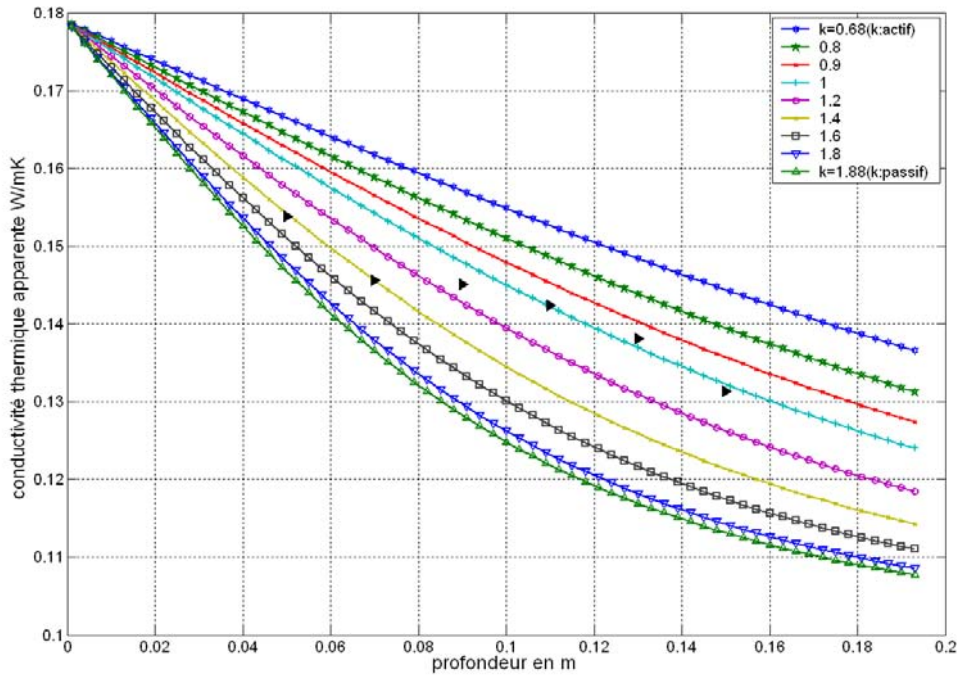


Figure 5.22 : Estimation du paramètre de transmission

La position du premier thermocouple 1 (figure 5.22) est éloignée du piston de 5cm, ce qui présente un problème puisque entre 0 et 5 cm, on voit une grande chute de la pression. Il est nécessaire de minimiser cette distance. Dans la conception de la sonde, on était obligé de laisser une distance de 3 cm entre le thermocouple et les extrémités de la sonde pour éviter les effets de bord. Pour minimiser cette distance, on conseille d'utiliser la méthode avec un transfert bidimensionnel qui tient en compte les échanges entre strates.

Sur la figure 5.22, nous pouvons voir que la valeur de k est comprise entre 0,9 et 1,4. La valeur de k trouvée par une estimation indirecte, montre que le facteur de transmission est plus grand à l'unité. Ceci montre que les forces sont toujours dirigées vers les parois. Nous pouvons démontrer cette affirmation par le fait que les mesures de la conductivité thermique sont proches de la conductivité thermique initiale. En pratique, cette remarque est justifiée par l'état de la poudre qui garde son état granulaire pour les couches profondes.

Les renseignements, tirés des différents résultats obtenus dans ce travail, font apparaître la nécessité de prolonger les investigations sur le rôle joué par la porosité de chaque

couche sur l'évolution de la conductivité thermique. En aval de ce travail, la hauteur de chaque couche (distance entre deux thermocouples) convient d'être explorée plus attentivement. Par exemple, on pourrait faire minimiser la distance entre deux points de mesures (la hauteur d'une couche) pour que la porosité soit homogène dans cette dernière. Pour les mesures de la conductivité thermique, il aurait été souhaitable de réaliser des mesures avec la méthode de la tige chaude en utilisant le modèle 2D pour estimer la conductivité thermique.

Deux méthodes (tige chaude, et méthode par stratification) ont été proposées dans ce mémoire qui s'inspirent soit de la méthode classique de Janssen, soit du modèle utilisé pour la caractérisation des milieux hétérogènes. Les deux méthodes permettent de trouver un encadrement du paramètre de transmission. Les résultats des deux méthodes ne pourront pas être comparés puisque les parois ne sont pas les mêmes pour les deux expériences, or, le paramètre de transmission dépend étroitement du type de parois utilisées. Toutefois, les deux méthodes peuvent mettre en évidence le rôle du facteur de transmission sur la variation de la conductivité thermique apparente en fonction de la profondeur.

Pour la caractérisation thermomécanique d'un milieu granulaire, la méthode à conseiller, c'est-à-dire, celle qui se rapprocherait le plus possible de ce qui se passe en réalité, est celle de la méthode de la tige chaude modifiée..

5.5 Conclusion

La caractérisation thermophysique des milieux granulaires peut se faire par une nouvelle méthode appelée méthode de la tige chaude, développée au cours de ce chapitre. Dans cette étude, nous avons commencé par définir et réaliser les différents éléments constituant le dispositif expérimental de cette méthode. La technique développée dans ce chapitre est facile à mettre en œuvre, sa simplicité est digne d'intérêt pour qu'elle soit destinée à mesurer la conductivité thermique apparente des milieux hétérogènes.

Une résolution semi-numérique du problème physique a été effectuée. A partir de l'analyse des résultats trouvés, l'étude de la sensibilité a permis d'une part, de mettre en évidence le rôle principal de la distance entre deux points de mesures, et le temps d'échauffement, et d'autre part, de définir les conditions nécessaires pour simplifier la résolution du problème étudié. L'étude de l'influence des différents paramètres permet finalement de restreindre le champ d'étude à deux cas intéressants : transfert 2D, et transfert

1D. En effet le transfert thermique dans le milieu s'effectue selon les deux directions principales (transfert 2D). Cependant, pour des temps courts et une distance assez large entre deux points de mesures, le transfert 2D se ramène à un transfert 1D, ce dernier pour des temps longs s'hybride en un transfert avec fil chaud.

Des tests sur la fiabilité des mesures de la conductivité thermique par cette méthode ont été effectués. Notre méthode a pu être validée, entre autre, grâce à un bon étalonnage de la sonde. Il s'avère que les mesures de la conductivité thermique trouvées lors d'une campagne de mesure par la méthode de la tige chaude donnent de façon plus directe de très bons résultats.

Un autre dispositif expérimental a été développé qui prend en compte cette fois l'évolution de la conductivité thermique en fonction des contraintes mécaniques. A l'aide du modèle développé dans le chapitre 3 et des résultats expérimentaux, nous avons pu modéliser la conductivité thermique en fonction de la profondeur.

Afin d'estimer le paramètre de transmission, nous avons utilisé les résultats de mesures de la conductivité thermique et le modèle développé dans ce chapitre 3. Il s'avère que cette méthode peut restreindre le champ de définition de ce paramètre.

Conclusions et perspectives

Au cours de cette thèse, nous avons cherché à établir les premiers éléments nécessaires à la mise en place du couplage entre les propriétés thermophysiques et propriétés mécaniques des milieux granulaires. Nous nous sommes restreints au cas de la compression uniaxiale. Dans cette étude, nous avons pu développer un modèle de calcul de conductivité thermique apparente en fonction des contraintes mécaniques, qui s'appuie sur la démarche suivante :

- Considérer le milieu granulaire comme un empilement ordonné de plusieurs particules sphériques de même diamètre ;
- Mesurer la conductivité thermique de la phase solide et la phase fluide ;
- Tenir compte du comportement mécanique par l'utilisation des lois classiques de la mécanique des milieux granulaires ;
- Tenir compte de l'influence des contraintes mécaniques sur le transfert thermique à travers les constituants (pores, zones de contact, etc....) du milieu.

Dans un premier temps, le modèle décrit modélise le comportement thermomécanique des compacts à faible ratio hauteur/diamètre pour lesquels la densité (contraintes mécaniques) est constante. Les calculs de conductivités thermiques sont validés par la méthode du Hot Disk. Les résultats de cette première étude permettent d'obtenir les résultats suivants :

- La conductivité thermique apparente augmente lorsque les contraintes mécaniques augmentent.
- L'étude de la sensibilité du modèle montre que la porosité, le module de Young, la conductivité thermique de la phase solide, la conductivité thermique du fluide, et les zones de contact, sont des paramètres essentiels pour calculer la conductivité thermique d'un milieu granulaire sous contraintes mécaniques.
- Le transfert thermique dans un milieu granulaire est limité par la porosité et les zones de contact. Pour des faibles contraintes (0-10 MPa), le transfert thermique est gouverné par le réarrangement des particules. Pour des fortes contraintes (contraintes

supérieurs à 15 MPa), le transfert à travers les zones de contacts est prédominant. De plus, une zone de transition a été déterminée pour une plage de contraintes allant de 10 MPa à 15 MPa.

- Dans un milieu granulaire, le nombre de contact reste constant, même s'il soumis à des contraintes mécaniques. Cela est vrai si les contraintes appliquées sont inférieures à 50 MPa.

Dans un deuxième temps, nous avons été amenés à développer une extension du modèle pour obtenir la variation de la conductivité thermique en fonction de la profondeur dans une colonne soumis à des contraintes mécaniques. Les outils utilisés pour le développement de cette méthode reposent sur la démarche suivante :

- Le milieu granulaire est considéré sous forme des strates juxtaposées ;
- On vérifie que dans chaque strate, les contraintes et la densité relative sont homogènes, et le flux thermique appliqué est unidirectionnel ;
- Les contraintes mécaniques en chaque strate sont calculées avec le modèle de Janssen;
- Dans chaque strate, le modèle de la conductivité thermique apparente est applicable ;
- La validation de cette extension du modèle est basée sur des mesures faites avec la méthode de la tige chaude.

L'originalité de la méthode nous a permis de mesurer un encadrement assez restreint du coefficient de transmission de Janssen. Il s'avère d'après les résultats obtenus, que notre méthode est fiable pour qu'elle soit destinée à reconstituer le champ de contraintes mécaniques d'un milieu granulaire soumis à une compression uniaxiale.

Au regard des résultats obtenus, de nombreuses perspectives peuvent être envisagées :

- Prise en compte des différents transferts pour affiner le modèle ;
- Introduire l'effet de l'humidité pour le calcul de la conductivité thermique apparente ;
- La validité de la méthode d'encadrement du coefficient de Janssen doit être contrôlée à partir des mesures directes des contraintes mécaniques dans un silo rempli d'un milieu granulaire ;.
- Extension de couplage thermomécanique à la compression 2D et 3D ;
- Il serait aussi intéressant de pouvoir comparer des résultats obtenus par le modèle établi au cours de cette thèse avec les résultats issus d'une modélisation par méthode DEM, et la méthode des éléments finis, qui constituent un soutien à l'expérimentation

en fournissant de plus des informations difficilement accessibles expérimentalement comme le réseau des forces de contact ou le déplacement de tous les grains.

References bibliographiques

- [1] Adler P.M., “Porous Media : Geometry and Transports”, Butterworth-Heinemann Boston London Oxford, 544pg., 1992 - ISBN 0-7506-9236-7.
- [2] P.Cheng, C.Tsau Hsu, The effective stagnant thermal conductivity of porous Media with periodic structures, J.Porous Media, vol 2, 1999, pp 19-38.
- [3] J Duran, The physics of fine powders: plugging and surface instabilities, Comptes Rendus Physique, Vol 3, Issue 2, 2002, pp 217-227
- [4] D.bouvard, Quelles lois de comportement mécaniques pour simuler la mise en forme des poudres métalliques ou céramiques, Laboratoires génie physique et mécanique des matériaux, INPG, ESA CNRS 5010
- [5] S.Bories, M.Prat, Transfert de chaleur dans les milieux poreux, Technique de l'ingénieur, Institut de mécanique des fluides de Toulouse.
- [6] P. Narayan, B.C. Hancock, The influence of particle size on the surface roughness of pharmaceutical excipient compacts, Materials Science and Engineering A (2005) (à paraître)
- [7] H. A Al-Qureshi, A. Galiotto, A.N. Klein, On the mechanics of cold die compaction for powder metallurgy, Journal of Materials Processing Technology, Vol 166, (2005), pp 135–143.
- [8] B. Eiliazadeh a, K. Pitt b, B. Briscoe, Effects of punch geometry on powder movement during pharmaceutical tableting processes, International Journal of Solids and Structures, Vol 41 (2004), pp 5967–5977.
- [9] A. Frachon, Modélisation et Simulation Numérique de la Compression en Matrice de Poudres Métalliques, Thèse doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble, septembre 2002.
- [10] S. Gourdet, F. Montheillet, Effects of dynamic grain boundary migration during the hot compression of high stacking fault energy metals, Acta Materialia, Vol 50 (2002), pp 2801–2812
- [11] N. A. Fleck, On the cold compaction of powders, J.Mech.Solids, 1995, vol 43, pp 1409-1431

- [12] H. Kim, Densification modelling for nanocrystalline metallic powders, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol 140 (2003), pp 401–406.
- [13] S. Taktakjama, Contribution à l'étude du comportement en compression de poudres et de leur mélanges, thèse de doctorat, Lille 2, 1997
- [14] H. Mohammed a, B.J. Briscoea, K.G. Pittb, The interrelationship between the compaction behaviour and the mechanical strength of pure pharmaceutical tablets, *Chemical Engineering Science*, Vol 60 (2005), pp 3941 – 3947
- [15] J.M. Montes, F.G. Cuevas, J. Cintas, A new expression for the effective pressure on powders under compression Computational, *Materials Science* (2005) (à apparaître)
- [16] C.-Y. Wua,T, O.M. Ruddyb, A.C. Benthamb, B.C. Hancockc, S.M. Besta, J.A. Elliott, Modelling the mechanical behaviour of pharmaceutical powders during compaction, *Powder Technology*, Vol 152 (2005) 107– 117
- [17] F. Fichtner, Particule size distribution and evolution in tablet structure during and after compaction, *Int J of Pharmaceutics*, Vol 292, 2005, pp 211-225
- [18] A.J.Matchett, T.Yanagida, Elastic modulus of powder beds-the effects of wall friction a model compared to experimental data, *Powder Technology*, vol 137, 2003, pp 148-158.
- [19] B.Johansson ,M Wikberg, Compression behaviour and compactibility of microcrystalline cellulose pellets in relationship to their pore structure and mechanical properties, *J Int of pharmaceutics*, Vol 117, (1995), pp 57-63
- [20] JC.Masteau, G Thomas, Modélisation de l'évolution de la porosité de poudres pharmaceutiques comprimées, *J Chimie Physique*, vol 94, 1997, pp. 598-619
- [21] Walker, E.E. 1923. The properties of powders. Part VI: The compressibility of Powders. *Transactions of the Faraday Society* 19(1), pp 73-82.
- [22] M. çelik, Overview of compaction data analysis techniques, *Drug Dev Ind Pharm*, Vol 18, 1992, pp 767-810.
- [23] R. W. Heckel, density-pressure relationships in powder compaction, *Trans Metall. Soc*, vol. 221, 1961, pp 671-675
- [24] K. Kawakita, K. Helmut Lüdde , some considerations on powder compression equations, *Powder Techn*, Vol 4, 1970/1971, pp 61-68
- [25] Balshin, M.Yu., *Vestnik Metallopram*, (16), No.16, pp.87-120, 1936.

- [26] A.R. Cooper, L.E. Eaton, Compaction Behavior of Several Ceramic Powders, J. Amer Ceram. Soc. 45 (1962) 95-101
- [27] R. W. Heckel, An analysis of powder compaction phenomena, Trans Metall. Soc, vol 222, 1961, pp 1001-1008
- [28] P J Denny, Compaction equations : a comparaison of the Heckel and Kawakita equations, Powder technology, Vol 127, 2002, pp 162-172
- [29] A. Lachihab, Un modèle numérique pour les composites biphasés matrice-inclusions rigides. Ecole Nationale des ponts et chaussées. Décembre 2004
- [30] C. Claquin, Etude du comportement de l'interface milieu granulaire et inclusion par une approche multi-échelle, thèse de doctorat, institut national des sciences appliquée de Lyon, 1999
- [31] M.Lubert, Aptitude à l'écoulement d'un milieu granulaire ; exploitation des instabilités de cisaillement..., thèse de doctorat , académie d'Aix-Marseille1 ; 2000.
- [32] H.A.Janssen, Zeitschr, D.vereines, 1895, Deutscher Ingenieure 39, pp 1405
- [33] M.H.ES-Saheb, Uniaxiale strain rate effects in pharmaceutical powder during cold compaction, J.Materials science, vol 27 (1992), pp 4151-159
- [34] M.Reiterer, T.Kraft, U.Janosovits, H.Riedel, Finite element simulation of cold isostatic pressing and sintering of sic components, ceramics International, vol 30, 2004, pp 177-183
- [35] R.W.Lewis, A.R.Khoei, A plasticity model for metal powder forming processes, Int.J.Placticity, Vol 17 (2001), pp 1659-1692
- [36] P.A Cundall,. A computer model for simulating progressive, large scale movements in blockary rock systems. Proc;Symp.Int.Rock Mech. Nancy, vol 1, paper 8, 1971
- [37] K. Duan, R. W.Steinbrech, Influence of sample deformation and porosity on mechanical properties by instrumented microindentation technique. J.Europ. Ceram. Society, vol 18 (1998), pp 87-93.
- [38] J.C. Glandus, P. Boch, Rôle de la Porosité sur la Résistance aux Chocs Thermiques de Matériaux Céramiques, Rev. Int. Hautes Temp. & Réfractaires, vol.19, 1982, pp.257-265.

- [39] Marta Krzeinska, Influence of the raw material on the pore structure and elastic properties of compressed expanded graphite blocks . Mater.CHEM. Phy. Vol 87, (2004) pp 336-344
- [40] R. olives , Transfert thermique dans une matrice de graphite poreuse, consolidée et anisotrope, support d'un solide actif pour procédés énergétiques, thèse de doctorat, perpignan 1999
- [41] J.Hladik, Métrologie des propriétés thermophysiques des matériaux, éditions Masson, 1990.
- [42] D.L.Balageas, Thermal diffusivity measurement by pulsed method, high temperatures-high pressures, Vol 21, 1984, pp 84-85
- [43] J.R Mumaw, Heat transmission measurements in thermal insulations, ASTM STP 544, American society for Testing and Materials, 1973, pp 193-211
- [44] E.Coment, Contribution a la mise au point de techniques de mesures de propriétés thermophysiques par sondes à chocs, thèse de doctorat école supérieur d'arts et métiers, 2001
- [45] F.Deponce, P.Phillipo, desing criteria for the hot plate appartus, Heat transmission measurement in thermal insulations, ASTM STP 544, American society for testing and materials, 1997, pp 97-117.
- [46] M.J.Laubitz, Axial heat flow method of measing thermal conductivity, compendium of thermophysical proprety measurement methods, vol 1, pp 11-60, Edited by K.D.Magelic, A.Cezailigan and V.E.Peletsky, plenum press, New York, 1984
- [47] H.Ezbakhe, Caractérisation thermiques et mécaniques des matériaux poreux utilisés comme isolants simples ou porteurs, Thèse de doctorat, UCPB Lyon 1, 1986.
- [48] J.Tama J, Mise au point d'un appareillage de mesure de la conductivité thermique des matériaux de construction, mémoire d'Ingénieur, ENSPY (1990)
- [49] B.Martin, J.F.Durastanti, B.Peureux, méthode d'identification de la conductivité thermique des matériaux isolants, Entropie, vol 147, pp 47-52, 1994
- [50] J.P.Cull, thermal conductivity probes for rapid measurement in rock. J.Phys.E: Sci.Instrum, vol 7, pp 771-774, 1974
- [51] B.Stalhane et S.Pyk, Teknisk Tidskrift, vol 61, 1931, pp 389-393
- [52] P.Vermotte, C.R.Acd, Paris, vol 204, p 563, 1937

- [53] X.Zhang, Métrologie par méthode quasi-stationnaire: modélisation, identification, et application à la caractérisation des solides, thèse de doctorat de l'INPL, 1993.
- [54] B.Ladevie, Mise au point de dispositifs de caractérisation thermophysique de matériaux isolants solides ou pâteux, extension aux fluides cisailés, thèse de doctorat de l'ENSAM Bordeaux, 1998.
- [55] Thomas Nganya, Intérêt d'utilisation d'isolants locaux dans l'habitation au Cameroun, thèse doctorat, ENSP de Yaoundé, 2000
- [56] M.Gustavson, E.Karawacki, S.E.Gustafsson, Thermal conductivity, thermal diffusivity, and specific heat of thin samples from transient measurements with hot disk sensor, Rev.Sci.Instrum, vol 65, pp 3856-3859, 1994.
- [57] D.A DE. Vries, A.J.Peck, On cylindrical probe method of measuring thermal conductivity with special reference to soils, Aust.J.Phys, n° 11, pp 225-271, 1958
- [58] X.Zhang, A.Degiovanni, Mesure de l'effusivité thermique de matériaux solides et homogènes par une méthode de sonde plane, J.Phys. 3
- [59] J.P.Laurent, Evaluation des paramètres thermiques d'un milieu poreux : optimisation d'outils de mesure "in situ", Int.J.Heat.Transfer, vol 32
- [60] D.Quenard, H.Sallee, Détermination rapide des paramètres thermiques des matériaux par sonde à choc et thermofluxmètres, Cahier du CSTB, n° 2295, vol 32, 1988
- [61] S.E.Gustafsson, Transient plane source technique for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solids materials, Rev.Sci.instrum, vol 62, pp 797-804, 1991.
- [62] YI.He, Rapid thermal conductivity measurement with a hot disk sensor, Part 1 : Theoretical considerations, Thermochimica Acta, Vol 436, 2005, pp 122-129.
- [63] P cheng, C Tsau Hsu , The effective stagnant thermal conductivity of porous Media with periodic structures, J.Porous Media, vol 2, 1999, pp 19-38.
- [64] D.C.Maxwell, A treatise on electricity and magnetism, 3rd edn, vol 1, et 2, chap, 9, vol 1, article 314, Dover, New York, 1954.
- [65] R.L.Hamilton, O.K.Crosser, thermal conductivity of heterogeneous systems, Ind.Engng Chem, vol 1 (3), 1969, pp 187-191.

- [66] D.A.DE Vries, Heat transfer in soils, in heat and mass transfer in the biosphere, John Wiley Halsted Press , 1974
- [67] Z.Hashin, S.Shtrikman, A variationnel method of the theory of effective magnetic permeability of multiphases materials, J.App.Phys, vol 33, pp 3125-3131, 1962.
- [68] M.R.J.Willey, A.R.Soutwick, J.Petrol.technol, vol 6, pp 44-, 1954
- [69] D.Krischer, K.Kroll, technique de séchage, centre technique des industries aéraulitiques et termiques, traduction du springer-verlag, Berlin, 1963.
- [70] P.L.Chaurasia, D.R.Chaudary et R.C.Bhndari, Effective thermal conductivity of two-phase system, Ind.J.Pure, App.phy, vol 16, n° 11, pp 963-967, 1978.
- [71] H.W.Russel, *Principales of heat flow in porous insulators*, J.Am.Ceram.Society, vol 18, 1935, pp 1-5
- [72] S.Frey, Uber die elektrische leitfabrigketeit binaer aggregate, Z.Elecktrochem. Bd 38, n° 5, 1932, pp 260-274
- [73] R.A.Crane and R.I.Vachon, A prediction of the bound on the effective thermal conductivity of granular materials, Int.J.Heat Transfer, vol 20, pp 711-723, 1974.
- [74] Y.P.Zarichniak, V.V.Novikov, *The effective conductivity of heteregeneous systems with a distorded structure*, Inszh.Fiz.Zh, vol 34, pp 648-655, 1978.
- [75] Jin Huie Huang, *Effective thermal conductivity of porous rocks*, J.Geop.Res, Vol 76, n° 26, pp 6420-6427, 1971
- [76] R.G Disseler, C.S Eian, Investigation of effective thermal conductivities of powders, Nat.Advisory comm., Aeronaut, R.M.E52C05, 1952
- [77] C.T.Hsu, P.Cheng, K.W.Wong, *Modified Zehner-schlunder model for stagnant thermal conductivity of porous media*, Int.J.Heat Mass Transfer, vol 37, 1994, pp 2751-2759.
- [78] S.Yagi and D.Kunii, *Studies on effective thermal conductivities in packed beds*, A.I.CH.E.Journal, vol 3, pp 373-381, 1957.
- [79] D.Kunii, J.M.Smith, *Heat transfer characteristics of porous rocks*, A.I.CH.E.Journal, vol 3, pp 71-78, 1960
- [80] S.Melka, étude théorique et expérimentales des transferts thermiques dans les milieux poreux granulaires pour l'isolation thermique, thèse doctorat, 1995, école des mines de paris.

- [81] R. Bauer, E.U. Schlünder, Effective radial thermal conductivity of packings in gas flow. Part II. Thermal conductivity of the packing fraction without gas flow, *Int. Chem. Eng.* 18 (1978) 189–204.
- [82] S.Hayashi, A theoretical model for the estimation of the effective thermal conductivity of packed bed of fine particules, *J.Chem.Eng.* pp 51-60, vol 35, 1987
- [83] C.T.Hsu, P.Cheng, H.W.Wong, Modified Zehner-Schlunder models for stagnant thermal conductivity of porous media, *Int.J.Heat Mass Transfer*, vol 37, n° 17, pp 2751-2759, 1994
- [84] Elio E.Gonzo, Estimating correlations for the effective thermal conductivity of granular materials, *Chemical Engineering Journal*, Vol 90, pp 229-302, 2002.
- [85] V.Kumar, D.R.Chaudhary, Prediction of effective thermal conductivity of two-phase porous materials using resistor model, *Indian.J.Pure.Applied Phys*, vol 18 pp 984-987, 1980.
- [86] F.Tehrani, M.Abdou, M.S.Tillack, effects of external pressure on particle bed effective thermal conductivity, *J.Nuclear Materials*, pp 212-215, (1985).
- [87] M.Abdou, Z.R GORBIS, M.S.Tillack, F.Tehrani, M.Abdou, analysis of wall-packed-bed thermal interactions, *Fusion Eng design*, Vol 27, (1995) pp 216-225
- [88] G.Piazza, J.Reimann, G.Hofmann, S.Malang, A.A.Goraieb, H.Harsch, Heat transfert in compressed beryllium pebble beds, *Fusion Eng design*, Vol 69 (2003) pp 227-231
- [89] A.K.Ariffin and D.T.Gethin, model for thermal analysis in cold uniaxial powder compaction, *powder metallurgy*, 1998, vol 41, pp 123-129
- [90] P Richard, Etude de la géométrie de milieux granulaires modèles tridimensionnels par simulations numériques. Thèse doctorat, Université de Rennes I, Rennes. (2000).
- [91] G.Buonanno, A.Carotenuto, The effective thermal conductivity of a porous medium with interconnected particles, *Int.J.Mass.Transfer*, vol 40, pp 393-405, 1997
- [92] H.J. Hermann, D. Staufer, S. Roux, *Europhys. Lett.* 3, 265 (1987).
- [93] I.H.Tavman, Effective thermal conductivity of granular porous materials, *Int.Com.Heat.Mass.Transfer*, vol 23, 1996, pp 169-176
- [94] S.Azizi, conductivité thermique des matériaux poreux humides : mesure par méthode flash et interpénétration, thèse de doctorat de l'INPL Nancy 1988.

- [95] N.Laraqi, J.P.Bardon, Influence de l'excentration des aspérités sur la résistance thermique de constriction statique ou glissante, C.R.Acad.Sci, Paris, t.32-, série 2, pp 547-552, 1998
- [96] Peterson and L.S.Fletcher. Thermal contact conductance of packed beds in contact with a flat surface. ASME Journal of heat Transfer, 110, pp 38-41, 1988
- [97] *Martin Kuentz, Hans Leuenberger, A new model for the hardness of a compacted particle system, applied to tablets of pharmaceutical polymers, Powder Technology, vol 111 (2000) pp 145-153*
- [98] G.K.Batchelor, R.W.O'Brien, thermal or electrical conduction through a granular material, Proc.R.Soc.Lond, vol 355, pp 313-333, 1977
- [99] E.Artz, the influence of an increasing particle coordination on the densification of spherical powders. Acta Metall.Mater, vol 30, pp1883-1890, 1982
- [100] P. Narayan *, B.C. Hancock The influence of particle size on the surface roughness of pharmaceutical excipient compacts Materials Science and Engineering, (2005) (à apparaître)
- [101] J. Denape, N Laraqi. Aspect thermique du frottement: mise en évidence expérimentale et éléments de modélisation Mécanique & Industries, Volume 1, Issue 6, December 2000, Pages 563-579
- [102] Asa Tunon, Göran Alderborn, granule deformation and densification during compression of binary mixtures of granules, Int. J.Pharmaceutics, vol 222 (2001) pp 65-76
- [103] JOHNSON, M.Wikberg, R.Ek, G. Alderborn, Compression behaviour and compactability of microcrystalline cellulose pellets..., Int.J. Pharmaceutics, vol 117 (1995) pp 57-73
- [104] E.PAVIER, caractérisation du comportement d'une poudre de fer pour le procédé de compression en matrice. Thèse doctorat, institut national polytechnique de Grenoble , 1998
- [105] Tesfai Sebhata, Göran Alderborn, Relation between the effective interparticulate contact area contact and the tensile strength of tablets of amorphous..., Eur. J.Pharm.Sciences, vol 8 (1999), pp 235-242

- [106] J.M. Montes*, F.G. Cuevas, J. Cintas, Effective area in powder compacts under uniaxial compression, *Materials Science and Engineering A* 395 (2005) 208–213
- [107] A.S Helle., K.E Easterling, M.F Ashby, 1985. *Hot-isostatic pressing diagrams : new developments. Acta.Mettalurgica*, vol 33, pp 2163-2174.
- [108] J.J.Mccarty, Micro-modéling of cohesive mixing processes, *Powder Techonology*, vol 138 (2003) pp 63-67.
- [109] M.Filali, B.Ladevie, A. DE Ryck, O.Fudym, Mesure de profil de conductivité thermique apparente en milieu granulaire soumis à des contraintes mécaniques, Journée SFT, 3 Juin 2003, Thermique et microthermique
- [110] M.Filali, B.Ladevie, A. DE Ryck, O.Fudym, Extension of the wire method for thermal conductivity depth profile retrieval. Application to mechanical stresses analysis in particulate systems, The old swan PSA UK 2003.
- [111] M.Rhachi, M.Boukalouch, B.Bourret, Etude d'une nouvelle technique de mesure des températures dans le sol, *Rev.Gén.Therm* (1997) vol 36, pp 851-860
- [112] G.Achard, J.J.Rouw, J.C.Sublet, Description d'une sonde de mesure des caractéristiques thermiques des couches superficielles du sol résultats d'une campagne de mesures, *Rev.Gén.Therm*, vol 267, 1984 pp 177-188
- [113] E.Coment, O.Fudym, B.Ladevie, J.C.Batsale, R.Santander, Extension of the hot wire method to the characterize of stratified soils..., *Inverse. Problems in science and Engineering*, vol 12, n° 5, 2004, pp 485-499

Annexe 1 : Variation de la densité relative en fonction des paramètres de compression

Effet de la vitesse de compression

La machine Instron est une véritable machine d'essais de compression qui impose avec rigueur une vitesse de compression de plusieurs mm/minutes. L'objectif principal de cette étude est de déterminer l'effet de la vitesse de compression sur l'évolution de la densité relative du milieu. L'Avicel 102 est soumis à une multitude d'essais avec une variation de compression allant de 5 mm/mn jusqu'à 15 mm/mn. Le graphe ci-dessous présente en clair la variation de la densité relative en fonction de la pression exercées sur le milieu pour variantes vitesses.

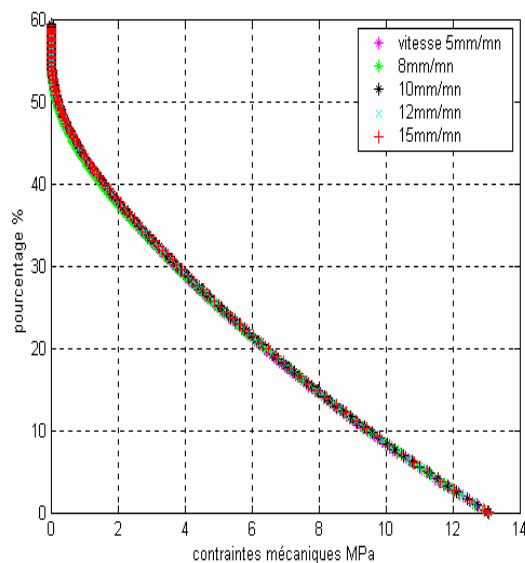


Figure : Variation de la densité relative en fonction des contraintes mécaniques

Au début de la phase de compression, l'effet du tassement domine, les particules ont tendance à combler le vide entre particules, cela se manifeste par un déplacement nulle du piston dans le milieu. Pour des faibles contraintes, la poudre ne se comporte pas de la même façon. Cela est dû au effet des réarrangement des particules non maîtrisé au cours de stockage de la poudre. Au fur à mesure que les contraintes mécaniques augmentent, la déformation élastique/plastique qui réside. Dans cette marge

de pression (fortes pressions), le comportement mécanique de la poudre est identique quel que soit la vitesse de compression, par conséquent la compression est indépendante de vitesse de la compression.

Le calcul des contraintes mécanique est assuré par la méthode de Janssen[], le dépouillement du résultats trouvés nous permet de tracer l'équation de Heckel de Kawakita et d'évaluer les paramètres de ces équations.

Tableau

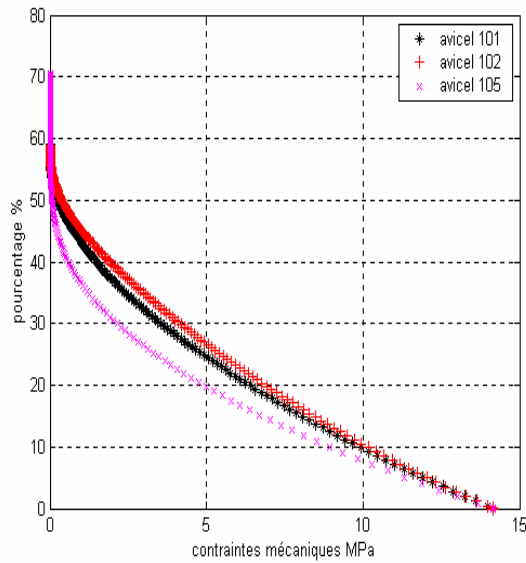
vitesse	5	8	10	15
A Heckel	$4,2.10^{-2}$	$4,2.10^{-2}$	$4,8.10^{-2}$	$4,4.10^{-2}$
B Heckel	0.37	0.37	0.41	0.37

Le paramètre A représente la compressibilité, c'est-à-dire, l'aptitude de la poudre à donner des comprimés ne dépend pas de la vitesse de compression, mais de la poudre elle même. La petite différence entre les paramètres en fonction de la vitesse est dû au comportement de la poudre. En effet le profil est linéaire à partir d'un point de densité. Le problème réside dans le calcul de ce seuil. Pour l'origine est le même cela peut se traduire que les conditions initiales sont les mêmes pour chaque essaie.

Taille des particules

Dans la littérature, il n y a pas des modèles adoptés qui tiennent en compte l'évolution de la densité relative en fonction de la taille des particules. Afin de pouvoir mettre en évidence cet effet, des mesures de calculs de la variation de la densité en fonction de la taille des particules sont déjà menées dans notre laboratoire. En premier temps la variation de la densité apparente en fonction de la taille des particules est croissante. Cela peut être expliqué par la variation de la cohésion en fonction de la taille des particules. Pour des faibles particules la cohésion est grande dans ce cas la densité apparente est grande.

En premier temps on s'intéressera à la variation de la densité en fonction de la taille des particules.



Pour des faibles contraintes, la variation de la densité en fonction de la taille est bien prouvée, cela peut démontrer par les conditions initiales en l'occurrence effet la densité relative initiale n'est pas la même pour les trois poudres. Au fur et à mesure que les contraintes augmentent les trois milieux se comportent de la même façon et le comportement est indépendant de la taille des particules.

Pour qui se suit on étudiera l'effet de la taille des particules sur la variation des paramètres de Heckel et Kawakita

	Avicel 101	Avicel 102	Avicel 105
Taille de particules μm	50	100	20
A Heckel MPa^{-1}	$4,7 \cdot 10^{-2}$	$4,8 \cdot 10^{-2}$	$4,4 \cdot 10^{-2}$
B Heckel	0.55	0.45	0.42

La pente de l'équation permet de calculer la valeur du paramètre de la compressibilité de la poudre. A l'examen des résultats, nous remarquons la constante de compressibilité reste intact en changeant la taille des particules. Par contre pour le paramètre B (origine de l'équation de Heckel) il dépend de la taille des particules. En effet, nous avons vu que ce paramètre dépend étroitement des conditions de remplissage

qui ne sont pas les même pour les trois types de poudre, en plus la densité relative initiale n'est pas aussi la même.

Dans ce suit, nous allons démontrer l'effet de la taille des particule sur les mesures de la conductivité thermique.

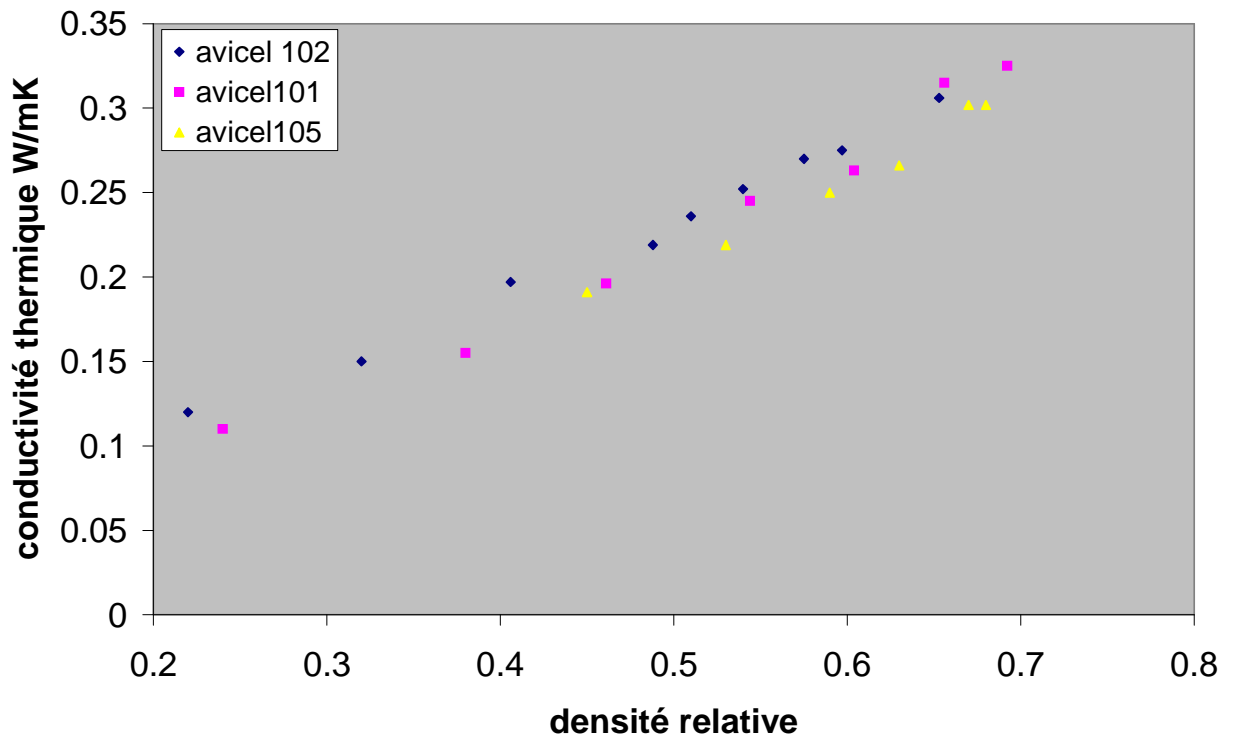


Figure : variation de la conductivité thermique apparente en fonction de la densité relative

A l'examen des résultats ci-dessus nous remarquons que la conductivité thermique apparente ne dépend pas de la taille des particules. Pour une porosité constante pour les trois milieux étudiés, quelque soit la taille initiale des particules, la conductivité thermique est identique. Ces résultats rejoignent la conclusion du chapitre 4 où nous avons démontré que pour des faibles contraintes mécaniques le transfert s'effectue à travers les pores. Cependant, nous avons démontré que pour des fortes contraintes (existence de zones de contacts) l'effet de la porosité est minimale, et le transfert thermique s'effectue à travers les zones de contact. Sur la figue ci-dessus, cette remarque n'est pas vérifié. En effet, cela est logique pour deux raisons : d'une part, la porosité initiale des trois milieux n'est pas la même, et d'autre part, les zones de contacts à la fin de la compression ne sont pas identiques.

Annexe 2 : Etude de la sensibilité de la température Modèle 2D) aux différentes paramètres

Il est important ici de rappeler que le milieu étudié est un milieu hétérogène, sous forme des couches empilées suivant l'axe z . Pour parvenir à respecter l'hétérogénéité du milieu, nous supposons que le milieu est bicouche, discrétisé en $n^{\text{ème}}$ couches (n est le nombre de point de mesure qui correspond aussi au nombre de couche). Il est difficilement envisageable de ne pas tenir en compte la hauteur d'une couche (distance entre deux thermocouples de mesures), d'une part il faut qu'elle respecte les conditions de validité de la linéarisation de la méthode semi-numérique (voir chapitre 2), d'autre part, pour prendre en compte le temps de calcul.

Les propriétés thermiques de chaque couche sont présentées dans le tableau ci-dessous. Nous supposons que le milieu est discrétisé en 100 couches, chaque sous-milieu est constitué de 50 couches. Pour le calcul de la sensibilité, nous perturberons les 50 premières couches du milieu, en sachant que le calcul de la sensibilité se fait sur l'ensemble des couches. L'objectif de cette étude est de mettre en évidence l'effet de la distance entre deux couches sur le transfert thermique conductif.

Propriétés de la sonde	contact	Milieu hétérogène
Flux injecté $\phi = 0.5\text{W}$	$R_f = 5 \cdot 10^{-4} \text{ K/m}^2 \cdot \text{W}$	$\lambda_1 = 0.16 \text{ W/mK}$
$r_t = 2 \cdot 10^{-3}$		$(\rho C_p)_1 = 1.46 \cdot 10^6 \text{ W/m}^{-3}\text{K}$
$\lambda_t = 0.12 \text{ W/mK}$		$\lambda_2 = 0.16 \text{ W/mK}$
$(\rho C_p)_t = 1.25 \cdot 10^6 \text{ W/m}^{-3}\text{K}$		$(\rho C_p)_2 = 4.18 \cdot 10^6 \text{ W/m}^{-3}\text{K}$
$r_r = 2.1 \cdot 10^{-3}$		
$\lambda_r = 0.2 \text{ W/mK}$		
$(\rho C_p)_r = 1.6 \cdot 10^6 \text{ W/m}^{-3}\text{K}$		

Tableau : caractéristique thermophysique du milieu bicouche

Pour le calcul de la sensibilité, on adopte la méthode de perturbation. A partir du modèle complet, nous calculons le champ de température pour un jeu de paramètre, et nous recalculons la température T après avoir perturbé le paramètre que nous voulons étudier. Pour cette partie, la valeur de la perturbation est de l'ordre de 1%.

Sensibilité aux conductivités thermiques du milieu

Aux temps longs, nous retrouvons le fait que la sensibilité aux conductivités thermiques est maximale. De plus, pour le pas d'espace utilisé (0,001m), la sensibilité est minimale entre les strates adjacentes, ceci est vrai quelle que soit la marge de définition du temps utilisé. Cette étude nous montre que :

- Aux temps longs, la sensibilité est maximale, la conductivité thermique du milieu sera aisément identifiable.
- Aux temps longs : le transfert radial domine le transfert axial. Il ressort de cette remarque que nous pouvons simplifier le modèle en tenant compte seulement du transfert radial.

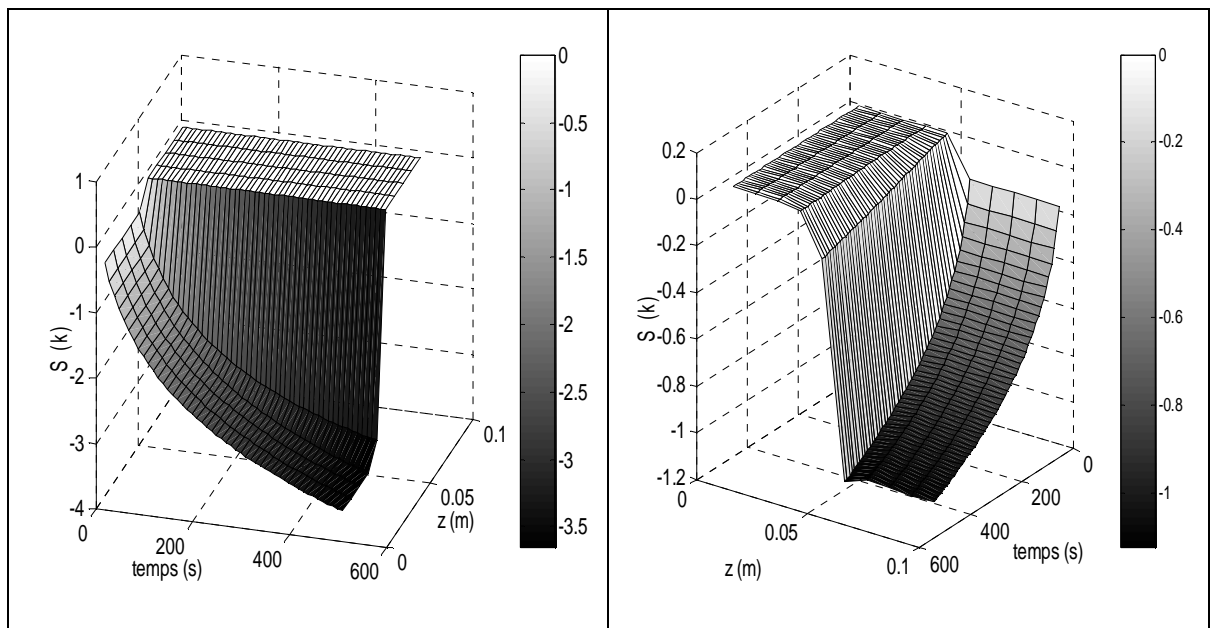


Figure : Sensibilité du modèle aux conductivités thermiques du milieu (à gauche correspond à la sensibilité à la couche 1, et : de la couche 1, et à droite celle à la couche 2)

Sensibilité aux chaleurs volumiques du milieu

On suit le même raisonnement que précédemment, puisque la réponse est analogue à celle de la conductivité thermique du milieu. En effet, pour des temps longs, le modèle est sensible aux chaleurs volumiques du milieu. De plus, pour des temps

proches de la durée de l'excitation thermique, la sensibilité représente un maximum. Pour des points près de l'interface, le transfert suivant l'axe z n'est pas négligeable. Cette constatation nous permet de prendre en compte l'emplacement des points de mesures. En effet, en pratique lors de la conception de la sonde, la distance entre un point de mesure (emplacement d'un thermocouple) doit être suffisamment espacée de l'interface de la sonde. On parle ici de 3-4 cm.

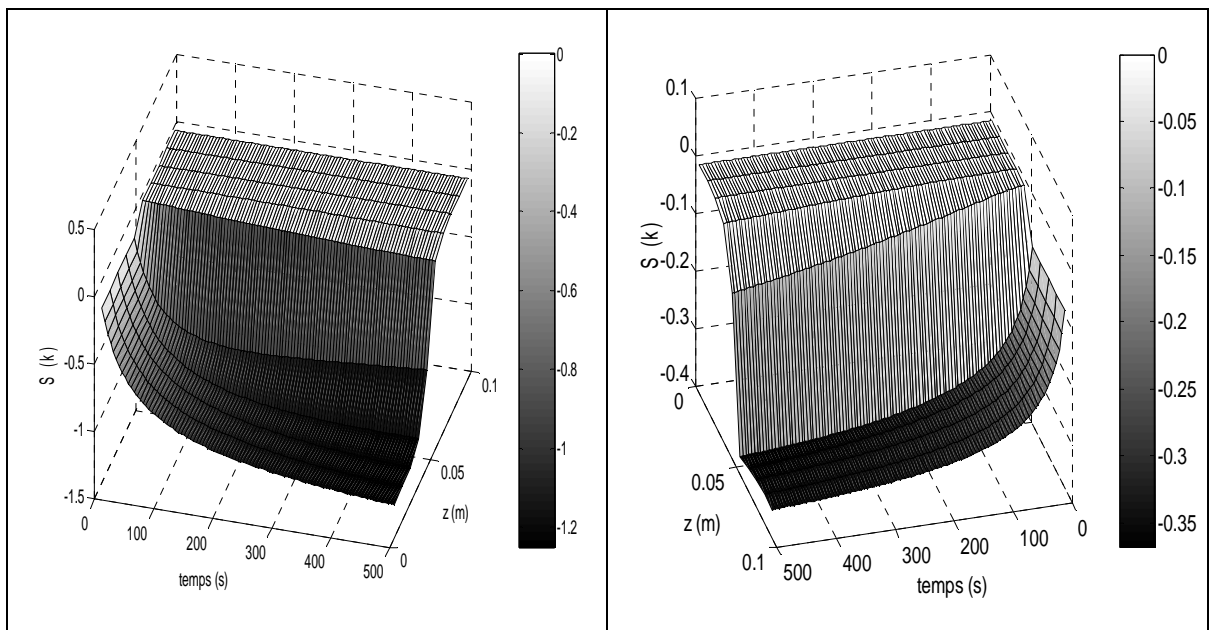


Figure : Sensibilité du modèle aux chaleurs volumiques

(à gauche : couche 1)

(à droite : couche 2)

Sensibilité à la conductivité thermique de la couche protectrice

Pour des temps longs, la couche protectrice n'a pas d'influence. Cependant, pour des temps courts, elle devient maximale, et présente un pic dès qu'on s'approche de l'interface de deux milieux. Nous pouvons dire que la sensibilité de la couche protectrice dépend des caractéristiques thermophysiques du milieu, et sera négligeable pour des milieux très isolants. Toutefois, la sensibilité à la couche protectrice est toujours négligeable devant la sensibilité à la conductivité thermique et la chaleur volumique.

Sensibilité à la chaleur volumique de la couche protectrice

Nous gardons les même remarques et les mêmes conclusions que celles de la sensibilité à la conductivité thermique de la couche protectrice puisque le comportement est identique.

Sensibilité à la conductivité thermique de la tige centrale

Dans le cadre d'une estimation de la conductivité thermique du milieu, la sensibilité à la conductivité thermique de la tige joue un rôle principal. A l'examen de la figure, nous pouvons observer que la sensibilité à la conductivité thermique de la tige est maximale pour des temps courts. Pour des temps longs, la sensibilité est minimale, par contre l'hétérogénéité du milieu a une influence directe sur cette valeur, ceci est valable dès qu'on s'approche de l'interface.

Compte tenu de cette dernière remarque, et pour des temps courts, la tige centrale emmagasine une importante énergie qui dépend de la conductivité thermique du milieu. Dans notre cas, la partie 1 (contact tige et le milieu le plus isolant) présente une énergie plus grande que celle dans la partie 2. Une des conséquences de ce phénomène est que le transfert génère un transfert suivant l'axe z . Dans l'intention de minimiser le transfert thermique suivant l'axe z , on conseille de recourir à l'utilisation d'une tige centrale très isolante.

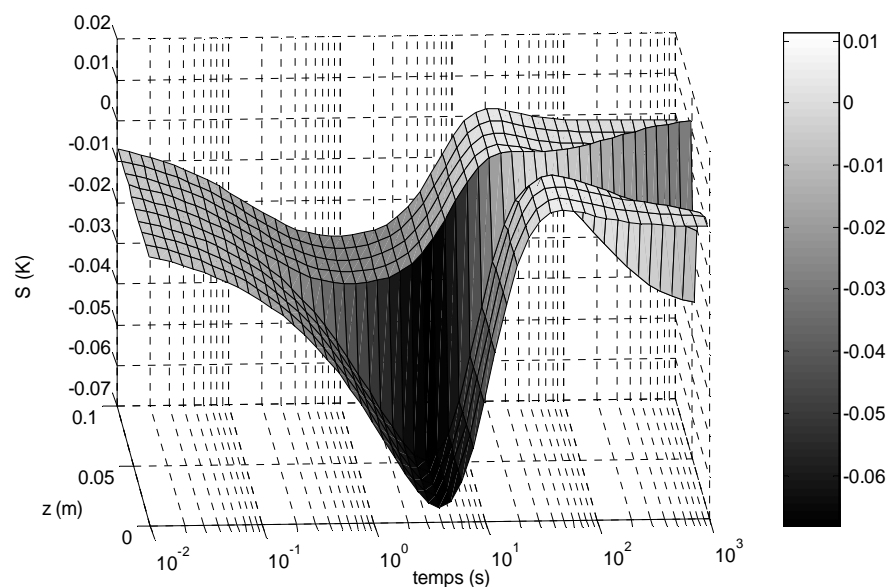


Figure : Sensibilité du modèle à la conductivité thermique de la tige

Sensibilité à la chaleur volumique de la tige centrale

A la vue de la figure, pour des temps longs, la sensibilité à la chaleur volumique de la tige centrale est nulle. Cependant, nous pouvons observer très nettement aux temps courts qu'elle devienne maximale. Toutefois, quelle que soit la marge du temps utilisé, la sensibilité à la tige centrale demeure toujours négligeable devant les sensibilités aux paramètres du milieu, notamment sensibilité à la conductivité thermique et chaleur volumique du milieu.

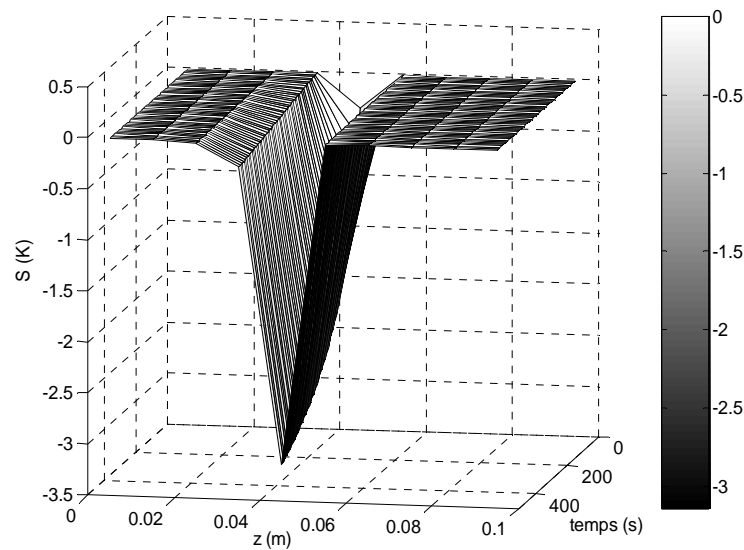


Figure : Sensibilité du modèle à la chaleur volumique de la tige centrale

Conclusion

L'étude détaillée de la sensibilité a permis de mettre en évidence l'influence de chaque paramètre intervenant dans notre calcul. De plus elle a aussi souligné le rôle important de la conductivité thermique du milieu. En reprenant les remarques tirées de l'étude de la sensibilité, nous pouvons démontrer que l'espace entre deux points de mesures, et le temps de l'excitation thermique jouent un rôle déterminant pour la résolution et la simplification du modèle. En effet, pour des temps courts, la sensibilité aux paramètres de la sonde est non négligeable. Le transfert s'effectue suivant les deux axes, par conséquent l'estimation de la conductivité thermique se fait avec le transfert 2D. Pour des temps courts et des points de mesures suffisamment espacés, le transfert axial est négligeable. Avec ces dernières constatations, la simplification du modèle est faisable. L'évolution de la sensibilité des paramètres de la sonde, montre que ces

derniers sont corrélés. Pour palier ce problème, nous sommes obligés de bien étalonner la sonde.

Annexe 3 : Comportement thermomécanique de l'Avicel

102

couplage entre la température et les contraintes mécaniques

La théorie de la thermomécanique notamment la loi de conservation de l'énergie (premier principe de la thermodynamique) suppose les hypothèses suivantes :

- le chargement s'effectue à vitesse faible : la part due à l'énergie cinétique peut être négligée devant l'énergie interne.
- si la vitesse de déformation est faible : les effets visqueux sont négligeables, en particulier l'échauffement dû au cisaillement.
- La mise en charge mécanique ne modifie pas le champ thermique, en particulier, les modifications de géométrie sont suffisamment petites pour ne pas avoir d'influence sur les données thermiques.

A l'aide de la méthode de la tige chaude, nous pouvons à priori accéder à la variation de la température au cours de la compression. Nous nous appuyons sur la réponse de chaque thermocouple, pour démontrer par des expériences les hypothèses citées plus haut.

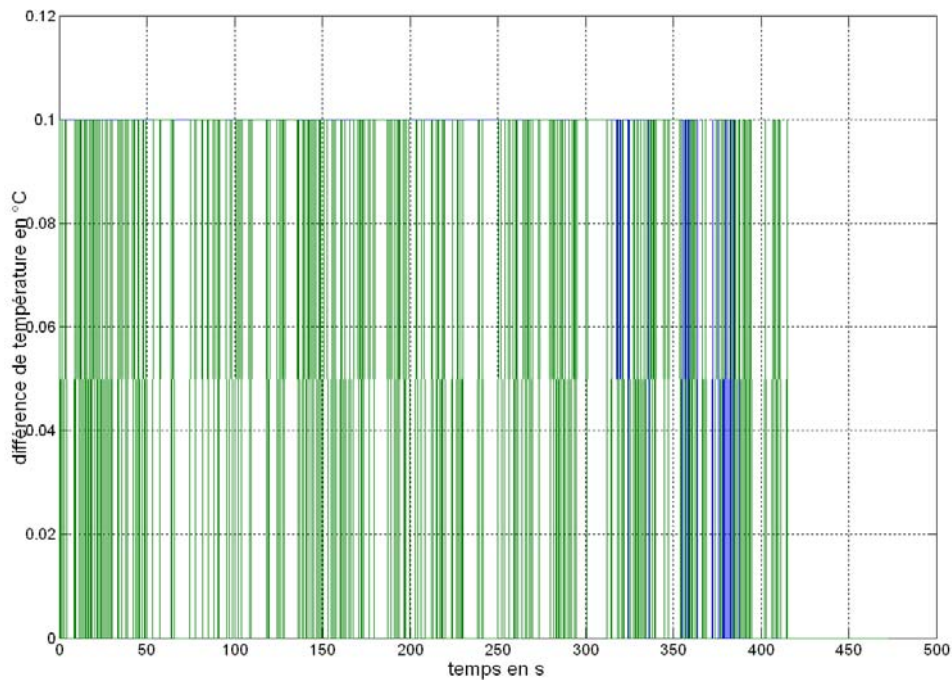


Figure : Différence de température en fonction du temps pour un milieu soumis à une contrainte mécanique.

Le graphe présente l'évolution de la différence de la température du milieu au cours du temps, obtenu lors d'une compression de L'Avicel 102 avec une contrainte mécanique de 5 MPa. Comme attendu, nous constatons que la variation de la température en fonction du temps est négligeable, avec une différence de température égale à 0.01 °C. En s'appuyant sur ces résultats, nous pouvons dire que l'énergie apportée par la compression est négligeable. Pour avoir une forte variation de la température, il faut comprimer le milieu avec une grande vitesse de compression, et aussi une variation de la température sera ressenti pour une grande contrainte mécanique.

Par ailleurs, au cours du calcul de la conductivité thermique apparente, la variation de la température du milieu est due seulement à l'injection d'un flux thermique car l'énergie apportée par les contraintes mécaniques sera toujours négligeable.

Effet de la dilatation thermique

Par définition, c'est l'augmentation du volume d'un corps lorsqu'il est soumis à une excitation thermique. Cette dilatation s'explique par l'augmentation de l'agitation

thermique des particules qui constituent le milieu. Si le milieu est long, sa dilatation sera surtout visible dans le sens de la longueur : on parle d'une dilatation linéaire.

$$V=V_0(1+\Gamma T)$$

Où Γ est le coefficient de dilatation

Le coefficient de dilatation d'un tel milieu peut être estimé à partir d'approches simplifiées tout à fait analogues à celle utilisées pour le module d'élasticité (module de Young). A l'échelle micro l'augmentation du volume génère une déformation locale, par conséquent cette déformation sera sentie par une variation des contraintes mécaniques au sein du milieu. La variation des contraintes mécaniques dépend des propriétés thermophysiques du milieu. Pour les milieux isolants cette variation est négligeable.

Pour le calcul de la conductivité thermique, nous avons procédé de la manière suivante : après application des contraintes mécaniques sur le milieu, nous injectons un flux thermique dans ce dernier pour avoir un thermogramme de la température. Dans ce mémoire, nous avons supposé que la conductivité thermique dépend de la densité relative du milieu que nous considérons constante. L'objectif principal de ce paragraphe est de vérifier cette hypothèse, c'est-à-dire au cours de l'échauffement du milieu la densité relative reste constante. La densité relative dépend du volume apparent du milieu. Pour certains milieux, et sous l'effet de la température le volume apparent du milieu se dilate (effet de la dilatation thermique).

Le principe de la méthode consiste à exposer le milieu granulaire sous forme d'un compact avec une faible densité à un flux thermique pour une durée de temps bien déterminée. A l'aide d'un appareil (mesure de déplacement sans contact avec laser), nous calculons la variation de la hauteur du milieu en fonction du temps. Le milieu est supposé cylindrique, nous négligeons la dilatation radiale.

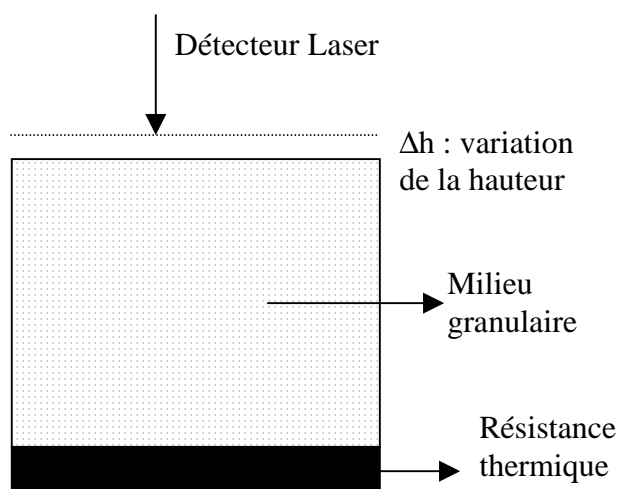


Figure : dispositif expérimental de mesure du coefficient de la dilatation

Pour réaliser cette expérience, nous nous mettons dans la même configuration du Hot Disk (le milieu étudié est sous forme des compacts). Un compact de porosité définie est exposé à un flux thermique pour une durée de l'ordre de 40 s. A partir du détecteur, nous calculons la variation de la hauteur du milieu en fonction de la puissance injectée. Le tableau représente les résultats obtenus au cours des essais d'échauffement des compacts.

Quelque soit la puissance injectée dans le milieu, la variation de la hauteur est négligeable, et le volume apparent reste intact. Par ailleurs, la différence de température varie en fonction de la puissance injecté, cela nous paraît logique. A partir de ces résultats, la dilatation de notre milieu est négligeable, d'où la densité relative du milieu étudiée reste constante en fonction de la température du milieu.

Cette étude est consacrée à l'étude à l'échelle macroscopique, puisque nous négligeons les phénomènes qui se produisent au sein des particules. Dans cette partie, nous avons supposé que la masse du milieu reste constante en fonction de la température. Ceci est vraie si le milieu est sec. Par conséquent, il s'est avéré indispensable de maîtriser le taux d'humidité pour valider ces résultats. La température d'étude est toujours inférieure à la température du changement de phase.

Q (w)	0.05	0.1	0.2	0.4	0.6
ΔT (°C)	2.83	5.82	10.9	19.7	27.4
Δd (mm)	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01

Nous pouvons démontrer ces résultats par la méthode des jauges de déformations. Le principe consiste à placer le compact dans un étuve d'une température homogène. La jauge de déformation consiste à mesurer la déformation du milieu en fonction de la température.

Annexe 4 : Contraintes hors silo : effet des contraintes de rupture

Au regard du succès du modèle développé au cours de cette thèse jugé satisfaisant, on voulait étendre les équations de prédiction de la conductivité thermique apparente sur des milieux comprimés hors matrice. La première difficulté pour l'exploitation des résultats du modèle est que la poudre sous forme de grains ne peut pas être comprimée hors matrice. Pour palier à ce problème, nous avons utilisé le milieu granulaire sous forme de compacts. Or, la contrainte pour la validation c'est qu'on est confronté à l'effet des contraintes de rupture. En effet le compact commence à se dégrader, et à une certaine contrainte il se casse, et le calcul de la conductivité thermique demeure impossible dans ce cas. Pour ces raisons, nous ne pouvons pas calculer la conductivité thermique expérimentalement, mais nous pouvons donner une valeur maximale atteinte avant la rupture du compact.

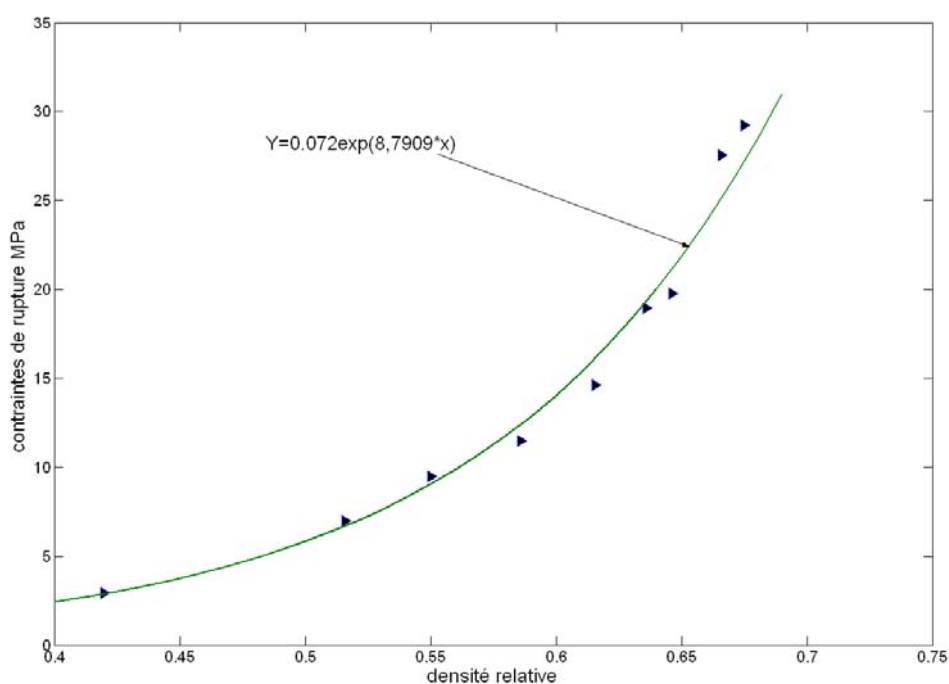


Figure : Contraintes de rupture en fonction de la densité relative

la compression dans une matrice est décrite par l'équation de Heckel. Par contre, hors matrice c'est les mesures de module de Young qui nous donnent un aperçu

sur la variation de la densité en fonction des contraintes appliquées. Les résultats obtenus sont récapitulés dans la figure ci-dessous. Ils présentent les limites de la conductivité thermique en fonction de la densité relative initiale du milieu.

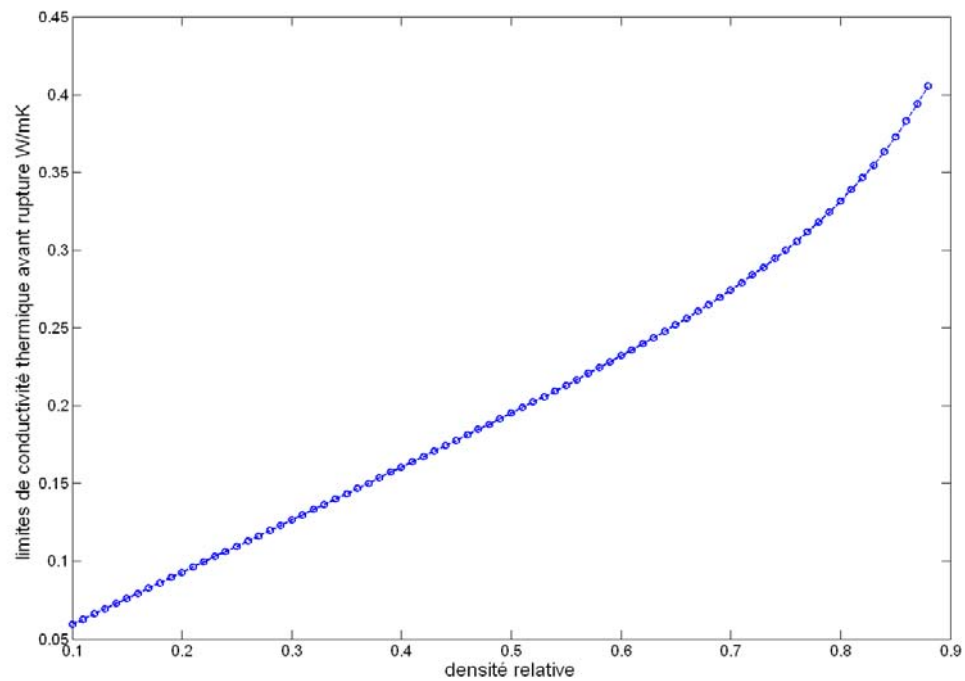


Figure : Limites de la conductivité thermique en fonction de la densité